MODE D'EMPLOI



TitroLine® 6000/7000

TITRATEUR

SI Analytics

a xylem brand

Wichtige Hinweise: Die Gebrauchsanleitung vor der ersten Inbetriebnahme des Titrators TitroLine® 6000/7000 bitte sorgfältig lesen und beachten. Aus Sicherheitsgründen darf der Titrator TitroLine® 6000/7000 ausschließlich nur für die in dieser Gebrauchsanleitung beschriebenen Zwecke eingesetzt werden.

Bitte beachten Sie auch die Gebrauchsanleitungen für die anzuschließenden Geräte.

Alle in dieser Gebrauchsanleitung enthaltenen Angaben sind zum Zeitpunkt der Drucklegung gültige Daten. Es können jedoch von SI Analytics sowohl aus technischen und kaufmännischen Gründen, als auch aus der Notwendigkeit heraus, gesetzliche Bestimmungen der verschiedenen Länder zu berücksichtigen, Ergänzungen am Titrator TitroLine® 6000/7000 vorgenommen werden, ohne dass die beschriebenen Eigenschaften beeinflusst werden.

Important notes: Before initial operation of the Titration Unit TitroLine® 6000/7000, please read and observe carefully the operating instructions. For safety reasons the Titration Unit TitroLine® 6000/7000 may only be used for the purposes described in these present operating instructions.

Please also observe the operating instructions for the units to be connected.

All specifications in this instruction manual are guidance values which are valid at the time of printing. However, for technical or commercial reasons or in the necessity to comply with the statuary stipulations of various countries, SI Analytics may perform additions to the Titration Unit TitroLine® 6000/7000 without changing the described properties.

Instructions importantes: Prière de lire et d’observer attentivement le mode d'emploi avant la première mise en marche du Titrateur TitroLine® 6000/7000. Pour des raisons de sécurité, le Titrateur TitroLine® 6000/7000 pourra être utilisé exclusivement pour les usages décrits dans ce présent mode d'emploi.

Nous vous prions de respecter également les modes d'emploi pour les appareils à connecter.

Toutes les indications comprises dans ce mode d’emploi sont données à titre indicatif au moment de l'impression. Pour des raisons techniques et/ou commerciales ainsi qu'en raison des dispositions légales existantes dans les différents pays, SI Analytics se réserve le droit d'effectuer des suppléments concernant le Titrateur TitroLine® 6000/7000 pour séries de dilution qui n’influencent pas les caractéristiques décrits.

Instrucciones importantes: Primeramente, lean y observen atentamente el manual de instrucciones antes de la primera puesta en marcha del Titulador TitroLine® 6000/7000. Por razones de seguridad, el Titulador TitroLine® 6000/7000 sólo debe ser empleado para los objetivos descritos en este manual de instrucciones.

Por favor, respeten las indicaciones descritas en los manuales de instrucciones de los equipos antes de conectarlos.

Todos los datos contenidos en este manual de instrucciones son datos orientativos que están en vigor en el momento de la impresión. Por motivos técnicos y/o comerciales, así como por la necesidad de respetar normas legales existentes en los diferentes países, SI Analytics puede efectuar modificaciones concernientes al Titulador TitroLine® 6000/7000 sin cambiar las características descritas.

TABLE DE MATIÈRES PAGE

Notes sur le mode d'emploi

Ce manuel a été conçu pour vous tenir informer sur la façon d'utiliser et de sécuriser votre titrateur.

Le pictogramme ⚠ vous indique les informations suivantes:

Pour une sécurité maximale , respectez les consignes de sécurité et d'avertissement dans les Instructions
Avertissement d'un danger général pour le personnel et l'équipement.
Le non-respect des consignes peut entraîner des blessures ou une détérioration du matériel.

Statut au moment de l'impression

La technologie de pointe et la haute qualité de nos produits sont garanties par un développement continu. Cela peut entraîner des différences entre ce mode d'emploi et votre produit. Des modifications de produit ne sont donc pas à exclure. Nous vous rappelons également que toutes les informations, illustrations et descriptions fournies ne peuvent faire l'objet d'aucune réclamation légale.

Référence

Une version potentiellement plus récente de ce manuel est disponible sur notre site Internet www.si-analytics.com. La version allemande est la version originale et obligatoire quelles que soient les spécifications.

Version 131127 FR

1 Caractéristiques techniques du titrateur TitroLine® 6000/7000

1.1 Résumé

Le TitroLine® 6000/7000 est un titrateur potentiometrique et approprié pour les applications suivantes :

Il est possible d'effectuer des titrages de pH, mV et µA avec jusqu'à 15 méthodes mémorisables.

Les exemples de possibilités d'utilisation pour le titrateur TitroLine® 6000/7000 sont :
- Titrage acido-basique en milieu aqueux tel que valeur p et m, titrage d'acides et de bases forts ou faibles
- Titrages Redox, p. ex. iodométrie, manganimétrie, chromatométrie et analyses DCO
- Autres titrages mV comme p.ex. chlorure
- Titrages avec électrodes sensibles aux ions, p.ex. ions de calcium, fluorure, cuivre, plomb
- Indices, tels que nombre hydroxyle, indice d'iode ou indice de saponification.

Applications possibles uniquement avec le TitroLine® 7000 :

- Lecture et mémorisation des données de calibration d'électrodes ID de SI Analytics.
- Titrages à deux points d'inflexion tels que p. ex. titrage du calcium et du magnésium
- Titrages par pH-Stat
- Titrages potentiométriques non-aqueux tels que TAN et TBN
- Pré-dosage avec burette à piston raccordée
- Raccordement et utilisation d'un changeur d'échantillon TW alpha plus/TW 7400
- Compatibilité avec le logiciel de titrage TitriSoft à partir de la version 3.0

Ces méthodes ne sont que des exemples ; il existe beaucoup d'autres domaines d'application dans le génie alimentaire, le fotofinishing, l'environnement, le contrôle de qualité et le contrôle des processus.

En outre, le TitroLine® 6000/7000 intègre également les fonctionnalités de la burette à piston TITRONIC® 500 :

- Titrages manuels avec ou sans calcul du résultat
- Dosages
- Préparation de solutions

Différentes vitesses de dosage et de remplissage sont réglables pour chaque méthode.

Les solutions utilisables sont les suivantes :

Il est possible d'utiliser pratiquement tous les fluides et solutions ayant une viscosité < = 10 mm²/s tels que, par exemple, de l'acide sulfurique concentré. Toutefois, ne pas utiliser de produits chimiques attaquant le verre, le PTFE ou le FEP ou présentant des propriétés explosives tels que, par exemple, l'acide fluorhydrique, l'azide de sodium ou le brome ! Les suspensions à teneur élevée en matières solides peuvent obstruer ou endommager le système de dosage.

 **Règle générale:** 

Respecter impérativement les directives de sécurité s'appliquant à la manipulation des produits chimiques respectifs. Ceci vaut tout particulièrement pour les liquides combustibles et / ou caustiques.

Déclaration de garantie

Nous assumons pour l'appareil désigné une garantie couvrant les vices de fabrication constatés dans les deux ans à compter de la date d'achat. Le recours en garantie porte sur le rétablissement du fonctionnement de l'appareil, à l'exclusion de toute revendication en dédommagement dépassant ce cadre.
En cas de traitement incorrect ou d'ouverture illicite de l'appareil, toute revendication au titre de la garantie est exclu. La garantie ne couvre pas les pièces d'usure telles que pistons, cylindres, vannes, flexibles avec assemblages par vis et pointes de burette. De même, la garantie ne couvre pas le bris des pièces en verre. Pour justifier de l'obligation de garantie, veuillez retourner l'appareil et le justificatif d'achat dûment daté franco de port ou par envoi postal affranchi.

1.2 Caractéristiques techniques du titrateur TitroLine® 6000/7000

Etat Nov. 21, 2013

Signe CE : CE Compatibilité électromagnétique selon la directive 2004/108/CE du Conseil ; norme harmonisée appliquée : EN 61326/1:2006.
Directive sur les basses tensions selon la directive 2006/95/CE du Conseil, norme harmonisée appliquée : EN 61 010, Partie 1.

Signe ETL:



Conforms to ANSI/ UL Std. IEC 61010-1
Certified to CAN/ CSA Std. C22.2 No. 61010-1

Pays d'origine : Allemagne, made in Germany

Les solvants/réactifs de titrage suivant sont utilisables :

- Toutes les solutions de titrage d'usage courant.
- Comme solvants, il est possible d'utiliser de l'eau et tous les liquides non agressifs anorganiques et organiques. Pour la manipulation des substances combustibles, respecter les directives relatives à la protection contre les explosions de l'Association professionnelle de l'industrie chimique.
- Pour les liquides à viscosité relativement élevée ($\geq 5\ mm^2/s$), à point d'ébullition basse ou tendance à la vaporisation, il est possible d'adapter la vitesse de remplissage et de dosage.
- Le dosage des liquides à viscosité supérieure à 20 mm^2/s n'est pas possible.

Entrée de mesure : Entrée pH/mV à 24 bits de résolution de la valeur de mesure pour mesures de haute précision.
Raccordement : douille d'électrode selon DIN 19 262 ou,
en plus, avec douille d'insertion BNC (Z 860)
électrode de référence douille 1 x 4 mm
Uniquement TitroLine® 7000 : degrés d'amortissement du signal de mesure pH/mV réglables

Uniquement TitroLine® 7000 : récepteur RFID pour électrodes ID de SI Analytics

		Plage de mesure	Plage de dépassement haut	Résolution de l'affichage	Précision* sans sonde de mesure	Résistance d'entrée [Ω]
pH	PH	- 4,0 ... 18,00	- 3,1 … 18,00	0,001	0,002 ± 1 digit	$> 1 \bullet 10^{13}$
mV	U [mV]	- 2000 ... 2000	- 2020 ... 2020	0,1	0,10 ± 1 digit	$> 1 \bullet 10^{13}$

Pour assurer la plus grand précision possible des valeurs de mesure, nous recommandons de « faire chauffer » le titrateur TitroLine® 6000/7000 pendant une durée adéquate avant de lancer le titrage.

Entrée de mesure : Sonde de mesure de la température - raccordement pour thermomètre à résistance Pt 1000
Raccordement : douilles 2 x 4 mm.

	Plage de mesure	Résolution de l'affichage	Précision* sans sonde de mesure
T [°C]	- 75 ... 175	0,1	0,2 K ± 1 digit

Entrée de mesure : Connexion « dead stop » (µA) pour électrodes doubles de platine
Tension de polarisation réglable de 40 à 220 mV.
Raccordement : douilles 2 x 4 mm.

	Plage de mesure	Résolution de l'affichage	Précision* sans sonde de mesure
I [µA]	0 ... 100	0,1	0,2 ± 1 digit

*Il y a lieu de tenir compte également de l'incertitude de mesure des sondes de mesure.

Affichage écran graphique 3,5 pouces -1/4 VGA TFT 320x240 pixels.

Calibration : automatique avec jusqu'à 3 solutions tampon, ordre lors de la calibration configurable, possibilité d'entrer des tampons librement définissables. Solutions tampon prédéterminées selon DIN 19 266 et NBS ou tampons techniques : pH = 1,00 ; pH=4,00 ; pH=4,01 ; pH=6,87 ; pH= 7,00 ; pH= 9,18 ; PH=10,00 ;

Connexions : entrée de mesure pH/mV : entrée pH/mV avec douille d'électrode selon DIN19 262/ou BNC

entrée de mesure µA : raccordement (Dead stop) pour électrode double de platine (douilles de raccordement : 2 x 4 mm)

Entrée de mesure Pt 1000 : connexion sonde de mesure de la température pour thermomètre à résistance Pt 1000 (douilles de raccordement : 2 x 4 mm, 1 x 2 mm)

Alimentation en tension adaptateur secteur externe de 90 – 230 V, 50/60 Hz
puissance absorbée 30 VA

Veillez bien à n'utiliser l'alimentation TZ 1853 qu'avec la désignation du type: FW 7362M/12

Interfaces RS 232 C interface RS 232 C galvaniquement séparée par optocoupleur
fonction Daisy Chain possible.

Bits de données réglable, 7 ou **8** bits (valeur par défaut 8 bits)
Bit d'arrêt réglable, **1** ou 2 bits (valeur par défaut 1 bit)
Bit de départ fixe **1** bit
Parité réglable : even / odd / **none**
Débit en bauds réglable : 1200, 2400, **4800**, 9600, 19200 (par défaut 4800 bauds)
Adresse réglable : *(0 à 15, valeur par défaut :01)*

RS-232-1 pour ordinateur personnel, entrée Daisy Chain
RS-232-2 appareils de SI Analytics, titreur TitroLine® 6000/7000/7500,
TW alpha plus/TW 7400
- burettes à piston TITRONIC® 500, TITRONIC® 110 *plus,* TITRONIC® *universal*,
- balances de type Mettler, Sartorius, Kern, Ohaus, autres sur demande
- sortie Daisy-Chain

Interfaces USB 2 USB type A et 1 USB type B

USB type B (« Slave ») pour raccordement ordinateur

USB type A (« Master ») pour raccordement
- clavier USB
- imprimante USB
- dispositif de pointage USB (« souris »),
- supports d'enregistrement USB tels que, par exemple, clé USB
- Hub USB

Raccordement agitateur **12V DC out**, **500 mA**
alimentation en tension pour agitateur TM 235, TM 135

Etat Nov. 21, 2013

Boîtier en polypropylène
Clavier frontal matière plastique à revêtement
Dimensions du boîtier 15,3 x 45 x 29,6 cm (l x h x p), hauteur avec unité interchangeable
Poids env. 2,3 kg pour l'appareil de base
env. 3,5 kg pour l'appareil complet avec unité interchangeable (avec flacon à réactif vide)
Climat température ambiante : + 10 ... + 40 °C pour le service et le stockage
humidité atmosphérique selon EN 61 010, Partie 1 : 80 % pour des températures allant jusqu'à 31 °C linéairement décroissante jusqu'à 50 % d'humidité relative pour une température de 40 °C

Unités interchangeables

Compatibilité Les unités interchangeables sont compatibles avec les titrateurs TitroLine® 6000/7000 et TitroLine® 7000 et celles de la burette à piston TITRONIC® 500
Reconnaissance automatique par RFID. Reconnaissance de la taille de l'unité et des données caractéristiques de la solution de titrage ou de dosage
Vanne vanne à pointeau indépendante du volume en polymères de fluorocarbure (PTFE), TZ 3000
Cylindre en verre borosilicaté 3.3 (DURAN®)
Tubulure jeu de flexibles en FEP, bleu
Fixage pour bouteille d'alimentation adapté pour bouteille carrée en verre et diverses bouteilles de réactifs
Matières verre borosilicaté DURAN®, polymères de fluorocarbure, acier spécial, polypropylène,
Dimensions 15 x 34 x 22,8 cm (l x h x p) avec bouteille de réactif
Poids env. 1,2 kg pour unité interchangeable WA avec bouteille à réactif vide

Justesse de dosage selon DIN EN ISO 8655, Partie 3
exactitude : 0,15 %
précision : 0,05 - 0,07 %
(en fonction de l'unité interchangeable utilisée)

Précision de dosage du titrateur TitroLine® 6000/7000 avec unités interchangeables WA :

Unité interchangeable type n°	Volume [ml]	Tolérances des $Ø_i$ des cylindres en verre [mm]	Erreur de dosage* par rapport à un volume de 100 % [%]	Reproductibilité [%]
WA 05	5,00	± 0,005	± 0,15	0,07
WA 10	10,00	± 0,005	± 0,15	0,05
WA 20	20,00	± 0,005	± 0,15	0,05
WA 50	50,00	± 0,005	± 0,15	0,05

1.3 Notes d'avertissement et de sécurité et de sécurité

L'appareil TitroLine® 6000/7000 répond à la classe de protection III. Il a été construit et contrôlé conformément à la norme EN 61 010 - 1, partie 1, mesures de protection pour des appareils de mesure électroniques, et a quitté l'usine dans un état impeccable sur le plan de la sécurité technique. Pour conserver cet état et pour assurer un service sans danger, il appartiendra à l'utilisateur d'observer toutes les instructions ou directives qui sont contenues dans le présent Mode d'emploi. La conception et la production sont effectuées dans un système respectant les exigences de la norme DIN EN ISO 9001.

Pour des raisons de sécurité technique et fonctionnelle, le titrateur TitroLine® 6000/7000 ne doit être ouvert, d'une manière générale, que par des personnes autorisées. Des travaux à entreprendre sur l'équipement électrique, par exemple, ne pourront être exécutés que par des personnes qualifiées ayant bénéficié de la formation technique prescrite.

⚠ **En cas de non-respect, le titrateur TitroLine® 6000/7000 eut générer des dangers: accidents électriques de personnes ou risque de feu. En cas d'intervention non autorisée dans le titrateur TitroLine® 6000/7000 ou en cas d'endommagement de l'appareil, que ce soit par négligence ou par intention, la garantie s'éteint.** ⚠

Avant de procéder à la mise sous tension, il appartiendra à l'utilisateur de faire le nécessaire pour que la tension de service réglée sur le titrateur TitroLine® 6000/7000 concorde avec la tension d'alimentation fournie par le réseau. La tension de service est indiquée sur la plaquette signalétique. En cas de non-respect, le titrateur TitroLine® 6000/7000 peut être endommagé et des dommages corporels ou matériels peuvent se produire.

Lorsqu'une mise en service sans risque n'est pas possible, il sera indispensable de mettre le titrateur TitroLine® 6000/7000 hors service et de la protéger contre toute remise en service inopinée ou intempestive. Déconnecter le titrateur TitroLine® 6000/7000, retirer le connecteur du câble d'alimentation de la prise de courant et isoler le titrateur TitroLine® 6000/7000 du lieu de travail.

Il est à présumer qu'un service sans danger n'est plus possible:

- ➲ lorsque l'emballage est endommagé.
- ➲ lorsque le titrateur TitroLine® 6000/7000 présent des endommagements visibles.
- ➲ lorsque le titrateur TitroLine® 6000/7000 ® ne fonction pas normalement.
- ➲ lorsque du liquide a pénétré dans le carter.
- ➲ lorsqu'il a été apporté des modifications techniques aux titrateur TitroLine® 6000/7000 ou lorsque des personnes non autorisées sont intervenues dans l'appareil pour tenter de le réparer.

Le titrateur TitroLine® 6000/7000 ne devra pas être stockée ou exploitée dans des locaux humides.

Pour des raisons de sécurité, le titrateur TitroLine® 6000/7000 devra être utilisé exclusivement pour les usages décrits dans le présent Mode d'emploi.

L'utilisateur doit apprécier lui-même les risques qui pourraient se produire dans le cas de tout éloignement de l'usage prévu.

⚠ **Les prescriptions spéciales régissant la manipulation des liquides dosés devront être respectées:**
Les directives sur les matières dangereuses, la loi sur les produits chimiques et les prescriptions et notes du commerce de produits chimiques. L'utilisateur devra faire le nécessaire pour que les personnes chargées de l'utilisation du titrateur TitroLine® 6000/7000 soient bien des personnes expertes dans le domaine des matières utilisées dans l'environnement et dans le titrateur TitroLine® 6000/7000 elle-même ou surveillées par des personnes compétentes.

⚠Pour tous les travaux avec des solutions de titrations: **Porter des lunettes de protection !** ⚠

Le titrateur TitroLine® 6000/7000 est équipé de circuits intégrés (EPROMs). Les rayons X ou d'autres radiations à forte énergie peuvent traverser le carter de l'appareil et effacer le programme.
Dans ces cas-là, si l'utilisateur met l'appareil en service malgré tout, il assume la responsabilité de tous les risques en résultant. Lors de manipulations avec des liquides autres que les solutions de titrage d'usage courant, tenir tout particulièrement compte de la résistance des matières constituant le TitroLine® 6000/7000 (voir chapitre 1.1). En cas d'utilisation de liquides à pression de vapeur élevée et/ou de substances ou de mélanges de substances n'ayant pas été décrits au chapitre 1.1 comme étant utilisables, il revient à l'utilisateur d'assurer une utilisation du le titrateur TitroLine® 6000/7000 sans danger et sans défaillances. Lors de la montée du piston dans le cylindre, un microfilm de liquide de dosage (qui n'exerce aucune influence sur la précision de dosage) restera collé dans tous les cas sur la paroi intérieure du cylindre. Toutefois, ce reste minimal de liquide pourra s'évaporer et pénétrer ainsi dans la zone se trouvant en dessous du piston; là, il pourra corroder ou dissoudre les matériaux utilisés du le titrateur TitroLine® 6000/7000 dans le cas d'un emploi de solutions non autorisées (voir aussi chapitre 8).

2 Mise en place et mise en service

2.1 Déballage et mise en place de la burette à piston

La burette à piston et toutes les pièces additionnelles ainsi que les appareils périphériques ont été soumis à un contrôle approfondi de fonctionnement et de stabilité dimensionnelle.

Nous vous prions de veiller à ce que les petites pièces additionnelles soient également retirées intégralement de l'emballage.

Les fournitures livrées sont listées sur le bordereau d'envoi joint à la livraison.

Le titrateur TitroLine® 6000/7000 peut être disposé sur n'importe quelle surface plane.

2.2 Montage du statif Z 300 (option)

En cas de non utilisation de l'agitateur magnétique TM 235, il est recommandé d'utiliser le statif Z 300. Le statif Z 300 est en métal massif (fig. 1). Le dessous de l'appareil est doté d'une échancrure dans laquelle le pied en métal s'adapte avec précision. Le pied en métal lui-même est doté des deux côtés (dessus et dessous) d'un filetage destiné à accueillir la tige du statif (fourniture appareil de base). Ainsi, le pied en métal peut être monté, selon les besoins, à gauche ou à droite de l'appareil. Poser l'unité de base sur le pied en métal et visser la tige de statif dans le filetage. Il est alors possible de monter l'agrafe de titrage Z 305 (fourniture appareil de base) sur la tige de statif (fig. 2).



Fig. 1



Fig. 2

2.3 Raccordement et installation du titreur et l’agitateur magnétique TM 235

Raccorder le câble d’alimentation basse tension TZ 1853 à la prise 12 V, prise "in" (voir aussi la figure 4 panneau arrière, Section 2.4.1) au dos du titreur. Branchez ensuite l’alimentation dans la prise de courant.



Fig. 3a

L'alimentation reste facile d’accès de sorte qu’il soit toujours aisé de pouvoir déconnecter le titrateur de sa prise.

En règle générale, l’agitateur magnétique TM 235 est disposé à droite de la burette à piston. L’agitateur magnétique se raccorde à la douille 12 V **« out »** au dos de la burette à piston au moyen du câble de raccordement TZ 1577 (fourniture appareil de base) (voir également fig. Dos, chapitre. 2.4). Visser la tige de statif (fourniture appareil de base) dans le filetage et monter l’agrafe de titrage Z 305 (fourniture appareil de base) (fig. 3).



Fig. 3b

2.4 Connexions du titrateur. Combination avec accessoires et autres appareils

2.4.1 Dos du titrateur TitroLine® 6000/7000



Fig. 4

2.4.2 Connexions du titrateur TitroLine® 6000/7000

Le titrateur TitroLine® 6000/7000est dotée des connexions suivantes :

1) Entrée de mesure µA pour le raccordement d'électrodes doubles de platine
2) Entrée de mesure de la température pour le raccordement d'électrodes Pt 1000
3) Entrée de mesure pH/mV (DIN ou BNC par adaptateur) pour le raccordement d'électrodes de mesure du pH, redox et autres électrodes de mesure et combinées. Pour le raccordement des électrodes ID de SI Analytics au TitroLine® 7000, voir chapitre 2.4.6.
4) Entrée de mesure pour électrodes de référence (réf.)
5) Interface USB-B pour le raccordement à un ordinateur personnel (PC)
6) Interrupteur du réseau
7) Deux interfaces USB-A (« Maître ») pour le raccordement d'appareils USB tels que clavier, imprimante, régulateur manuel, clé mémoire USB, etc.
8) Jack « in » : raccordement du bloc d'alimentation secteur TZ 1853
9) Jack « out »: raccordement de l'agitateur magnétique TM 235
10) Deux interfaces RS232 (Mini-DIN) :
    RS1 pour le raccordement au PC
    RS2 pour le raccordement d'une balance et d'autres appareils SI Analytics (burettes, etc.)

2.4.3 Raccordement d'une imprimante

Les imprimantes à interface USB se raccordent à l'une des deux interfaces USB A. Les imprimantes **doivent** contenir une émulation HP PCL (3, 3GUI, 3 enhanced, 5, 5e). Il n'est pas possible d'utiliser des imprimantes GDI. Il est également possible de raccorder l'imprimante thermique compacte Seiko S445.

2.4.4 Raccordement d'un appareil USB (dispositif de pointage, clavier, appareil d'enregistrement, HUB)

Les appareils USB suivants peuvent être raccordés aux interfaces USB A :

- Clavier de PC
- Dispositif de pointage TZ 3880 (« souris »)
- Imprimante
- Appareil d'enregistrement USB tel que clé USB
- Hub USB
- Scanner de codes-barres USB

2.4.5 Raccordement de balances d'analyse

Les balances d'analyse se raccordent à l'interface RS232 2 avec un câble correspondant.

2.4.6 Raccordement des électrodes ID de SI Analytics au TitroLine® 7000

Le connecteur de l'électrode ID comporte un renflement. Il est possible d'utiliser ce renflement comme repère lors du raccordement de l'électrode à la douille mV/pH. Ce renflement devrait être dirigé autant que possible vers le haut, vers la douille de référence ou entre les deux (voir également figure 4). Cela facilite l'identification de l'électrode ID. Immédiatement après le raccordement, les données de l'électrode ID raccordée sont lues et mémorisées dans le titrateur. Elles comprennent les données de calibration telles que le point zéro et la pente, la date de calibration, les solutions tampons utilisées, le numéro de série et le type de l'électrode.

2.5 Réglage de la langue du pays

Au départ de l'usine, la langue est réglée sur l'anglais. Après la mise en circuit de la burette à piston et achèvement du cycle de démarrage, le menu principal s'affiche :

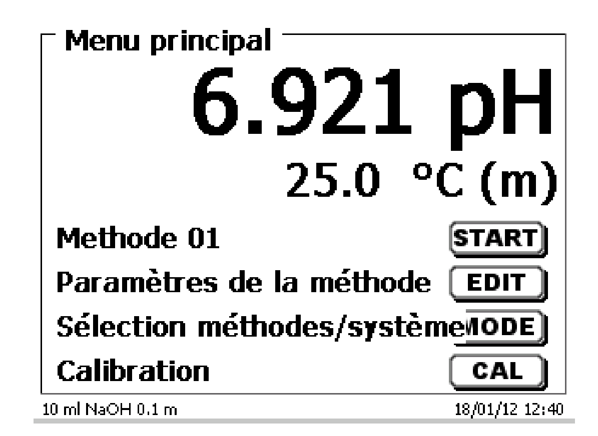


Fig. 5

Avec <SYS/<F7> ou bien via <MODE> puis <Configuration système>, commuter sur la configuration du système. Le premier menu est le menu de réglage de la langue du pays :

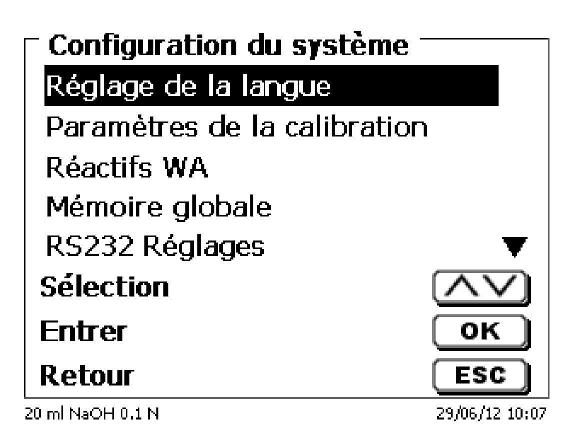


Fig. 6

Appeler le menu en appuyant sur <ENTER>/<OK>. Avec les touches fléchées <↑↓>, sélectionner la langue désirée et confirmer avec <ENTER>/<OK> :

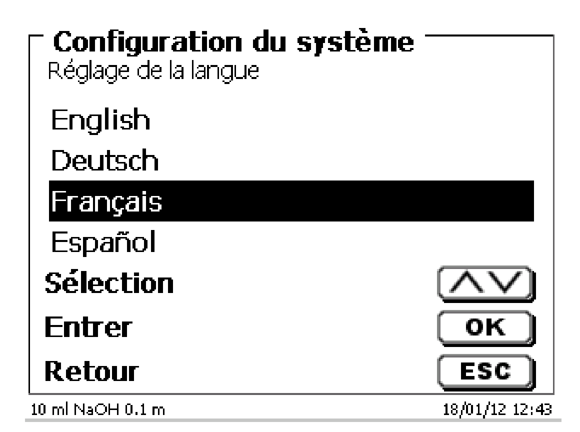


Fig. 7

La langue sélectionnée s’affiche aussitôt. Actionner deux fois la touche <ESC> pour revenir au menu principal.

2.6 Unité interchangeable WA



Fig. 8

1) TZ 3871 – Tuyau d'aspiration
2) TZ 3872 – Tuyau de raccordement
3) TZ 3873 – Tuyau de dosage sans pointe de dosage ni support ;
   TZ 3874. – Tuyau de dosage avec pointe de dosage et support
4) TZ 3801 – Couvercle de vanne
5) TZ 3000 – Vanne 3/2 voies
6) TZ 2003 – Tube sécheur
7) TZ 3802 – Bouchon fileté GL 45 avec alésage, avec adaptateur à 2 ouvertures pour tube sécheur et tuyau d'aspiration
8) TZ 3803 – Bouteille à réactif de 1 litre, marron
9) TZ 3900 – Manteau de protection UV, bleu transparent
10) TZ 3875 – Tige pour pointe de titrage et
    TZ 3656 – chapeau de pointe de titrage, bleu
11) TZ 1507 – Tube de goutte-à-goutte en plastique

2.6.1 Montage de l'unité interchangeable

La figure 8 montre une unité interchangeable entièrement assemblée.

- Retirer de l'emballage la vanne avec le tuyau raccordé et l'enfoncer dans le support de vanne jusqu'à enclenchement.
- Poser le couvercle de vanne sur la vanne comme figuré.
- Engager le tuyau de raccordement TZ 3872 dans l'embouchure filetée du cylindre de burette prévue à cet effet et serrer à la main.
- Engager le tuyau d'aspiration TZ 3871 dans l'embouchure filetée du GL 45 ou de l'adaptateur S 40 et serrer à la main.

Tous les autres tuyaux sont déjà montés.

2.7 Montage et échange d’une unité interchangeable

L’unité de titrage intègre un lecteur RFID et les unités interchangeables intègrent toutes un transpondeur RFID. Les informations suivantes sont enregistrées dans ce transpondeur :

- Dimensions de l’unité interchangeable (non modifiable)
- ID de l’unité interchangeable (non modifiable)
- Nom du réactif (default : espaces vides)
- Concentration (default: 1 .000 000)
- Concentration déterminée le : (date)
- Durabilité jusqu’au (date)
- Ouvert/établi le : (date)
- Contrôle selon ISO 8655 : (date)
- Numéro de lot : (default no charge)
- Dernière modification (date)

A chaque fois qu’une unité interchangeable est montée sur l’appareil, ces données sont automatiquement lues dans le transpondeur.

2.7.1 Montage d’une unité interchangeable

Monter l’unité interchangeable sur l’appareil comme représenté à la fig. 9 a-c et la pousser vers le bas jusqu’à ce que le bouton noir s’enclenche sur le côté gauche.



Fig. 9 a



Fig. 9 b



Fig. 9 c

2.7.2 Dépose de l'unité interchangeable

La dépose de l'unité interchangeable s'effectue en inversant les opérations :

- Appuyer sur le bouton noir à gauche et tirer l'unité interchangeable vers l'avant comme représenté à la fig. 9.c – 9.a.

⚠ **Important : Il est possible d'enlever l'unité interchangeable uniquement lorsque le piston se trouve en position inférieure (position zéro). Si besoin, actionner auparavant la touche <FILL>.** ⚠

2.7.3 Programmation de l'unité de titrage

Les données sont aussitôt lues dans le transpondeur RFID de l'unité interchangeable (fig. 10).

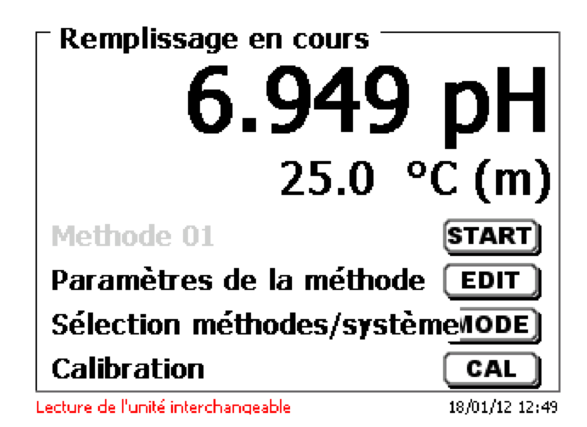


Fig. 10

Après achèvement du processus de lecture, le menu d'entrée des réactifs (fig. 11) s'affiche env. 10 secondes. La taille de l'unité interchangeable s'affiche en bas à gauche dans l'affichage. (ici : 10 ml).

Réglages du système
WA réactifs
Volume de l'unité 20 ml
ID de l'unité 1048576
Réactif NaOH 0.1 ...
Concentration 1.00000
Sélection
Entrer OK
Retour ESC
20 ml NaOH 0.1 mol/L 01/01/06 12:15

Fig. 11

Lors de la première utilisation, il est recommandé d'inscrire ici au moins le nom du réactif utilisé. A cet effet, confirmer la sélection « Réactif » avec <ENTER>, puis taper le nom et éventuellement la concentration (fig. 12).

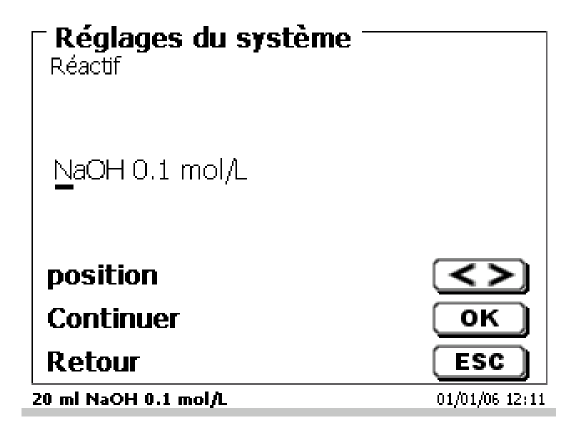


Fig. 12

Confirmer avec <OK>/<ENTER> (fig. 12). Après l'entrée optionnelle d'autres paramètres (pour plus de détails sur l'entrée de données, voir chapitre 5.1), quitter le menu des réactifs en appuyant sur <ESC> (fig. 13).

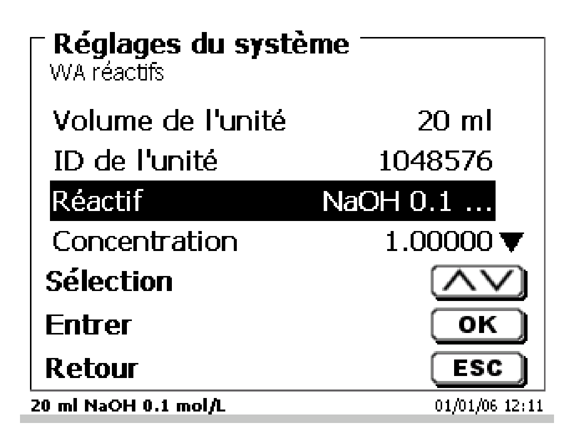


Fig. 13

Une interrogation s'affiche, demandant si l'on désire reprendre ces valeurs (fig. 14) :

Réglages du système
accepter les valeurs?
Oui
non
Sélection
Entrer
OK
Retour
ESC
20 ml NaOH 0.1 mol/L
01/01/06 12:12

Fig. 14

Si vous sélectionnez <OUI>, les valeurs s'inscrivent dans l'unité interchangeable. Cette inscription est confirmée en bas par un message en caractères rouges. Le processus achevé, le nouveau nom de réactif s'affiche en bas à gauche de l'écran (fig. 15). Dans cet exemple : NaOH 0.1 mol/L.

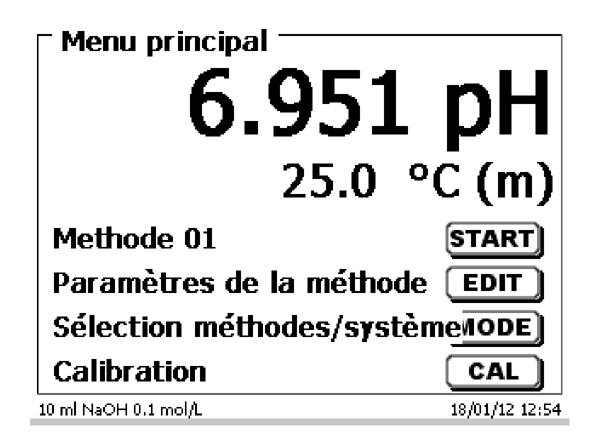


Fig. 15

2.8 Premier remplissage ou rinçage de l'unité interchangeable complète

Effectuer le premier remplissage de l'unité interchangeable avec le programme de rinçage <Rinçage>. A partir du menu principal (fig. 16),

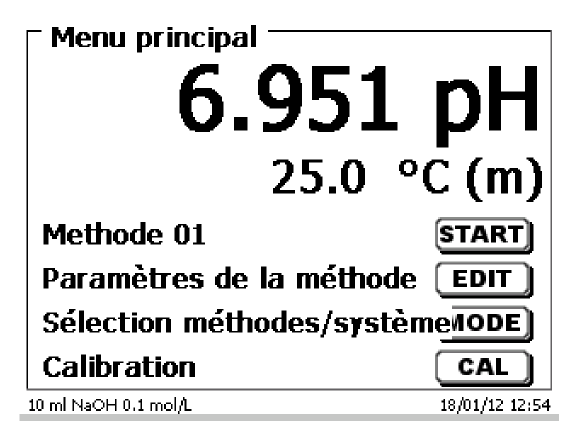


Fig. 16

appeler le menu de système/des méthodes en appuyant sur la touche <MODE> (fig. 17).

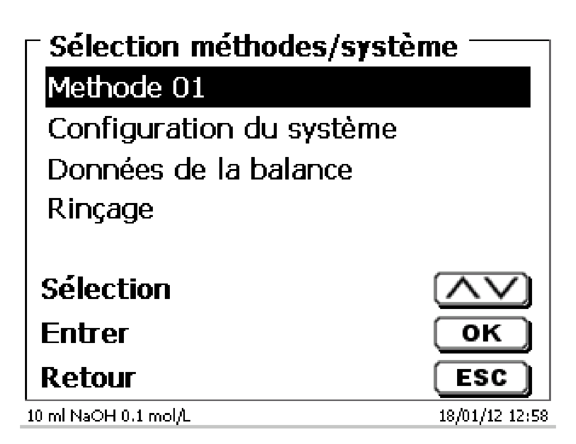


Fig. 17

Appuyer une fois sur <↑> pour accéder aussitôt à la sélection <Rinçage> (fig. 18).

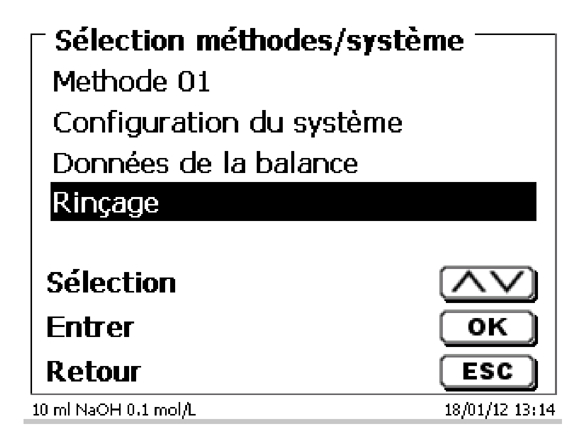


Fig. 18

Confirmer la sélection en appuyant sur <ENTER> :

Rinçage
Rincer 1x
Rincer 2x
En continu
Sélection
Entrer OK
Retour ESC
20 ml NaOH 0.1 mol/L 01/01/06 12:14

Fig. 19

Il est alors possible de sélectionner le nombre de cycles de rinçage (fig. 19). Pour un premier remplissage, rincer au moins deux fois. Il est possible d’interrompre à tout moment le processus de rinçage (fig. 20) en appuyant sur <STOP> et de le poursuivre ensuite en appuyant sur <START>.

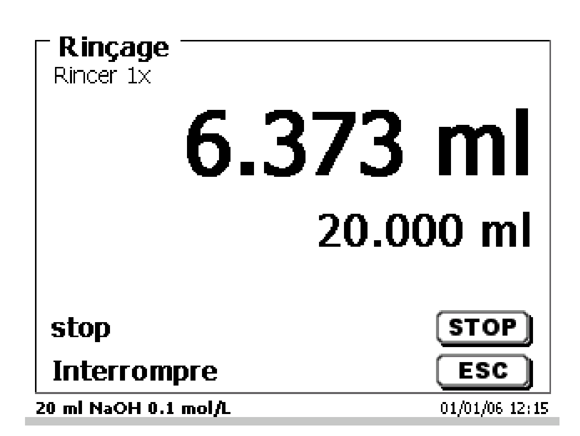


Fig. 20

En cours d’exécution de ce programme de premier remplissage ou de rinçage, veiller à placer sous la pointe de titrage un collecteur de dimensions suffisantes.

2.9 Echange du cylindre en verre et du piston en PTFE

L'échange du cylindre en verre et du piston s'effectue sans outil. Dans certains cas, l'opération nécessite l'utilisation d'un extracteur de piston.

- Retirer l'unité interchangeable de l'appareil.
- Dévisser le tuyau entre le cylindre en verre et la vanne du cylindre en verre.
- Tourner la protection UV bleue de 5-6 tours vers la gauche.
- Enlever la protection UV et retirer le cylindre en verre avec le piston qui se trouve à l'intérieur.
- Mettre en place dans l'unité interchangeable un nouveau cylindre en verre avec son piston (fig. 21) et recouvrir de la protection UV bleue
- Revisser et serrer la protection UV bleue en le tournant de 5 à 6 tours vers la droite.
- La tige de piston doit dépasser de l'unité interchangeable de 1 à 2 cm (fig. 22 a). Basculer l'unité interchangeable vers l'avant de sorte que la face inférieure inclinée vienne reposer à plat sur la paillasse de laboratoire (fig. 22 b). De ce fait, le piston rejoint sa position exacte. S'il arrive qu'un piston soit trop enfoncé dans le cylindre en verre, il suffit de sortir un peu le piston et de l'amener à nouveau dans la bonne position comme décrit ci-dessus.



Fig. 21



Fig. 22 a



Fig. 22 b

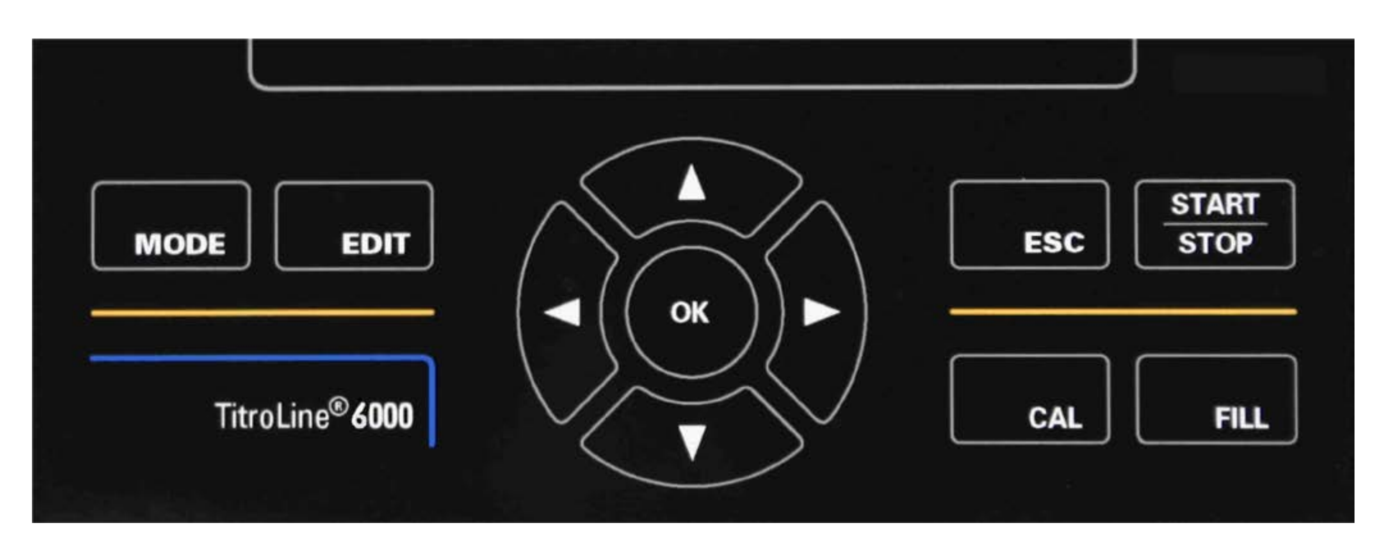
Veiller par principe à monter dans l'unité interchangeable uniquement le cylindre de dimensions appropriées car, sinon, le codage mémorisé dans l'unité interchangeable ne coïnciderait plus avec la taille du cylindre. Cela entraînerait des erreurs de dosage. Pour des raisons de précision du dosage et de l'analyse, il est recommandé de toujours remplacer également le piston en PTFE lors du remplacement d'un cylindre en verre défectueux. Cela vaut tout particulièrement en cas de bris de verre car les joints d'étanchéité du piston en PTFE risquent d'être endommagés par des éclats de verre.

⚠ Attention ⚠

En règle générale, les tuyaux et cylindres contiennent des produits chimiques qui risquent de s'écouler ou d'éclabousser lors du démontage. Respecter les mesures de sécurité appropriées pour la manipulation des produits chimiques.

3 Travailler avec le titrateur TitroLine® 6000/7000

3.1 Clavier frontal



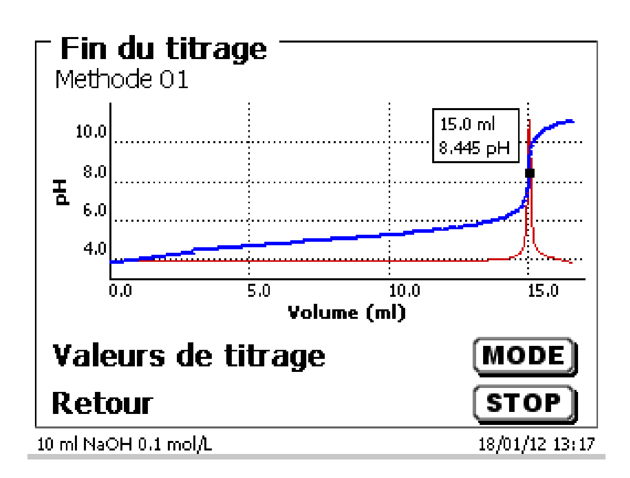
A l’exception des entrées alphanumériques (a-z, A-Z, 0-9) et de quelques rares fonctions, l’exécution de toutes les fonctions peut être commandée via le clavier frontal.

<Mode>: Sélection des méthodes, rinçage, configuration du système
<EDIT>: Modification de la méthode actuelle, nouvelle méthode, copie et suppression d’une méthode
<ESC>: La touche **<ESC**> permet de revenir au niveau de menu précédent..
<START>: Marche et arrêt d’une méthode actuelle
<FILL>: Remplissage de l’unité interchangeable

Les différentes fonctions sont décrites avec précision **dans le chapitre 3.4 Clavier PC externe**.

3.2 Affichage

L’affichage s’effectue sur un écran graphique LCD de résolution 320 x 240 pixels. Il offre également la possibilité d'affichages graphiques, par exemple, la trace au cours ou à la fin de la titration:



3.3 Dispositif de pointage

Le dispositif de pointage (« souris », fig. 23) est nécessaire pour le titrage manuel. Mais il peut également être utilisé pour le lancement de méthodes de dosage et autres.



Fig. 23

Mode	Touche noire	Touche grise
Titrage manuel	Lancement du titrage, pas à pas et tirage en continu (voir chap. 3.6.1 Titrage manuel)	Remplissage Arrêt du titrage avec évaluation
Dosage via méthode de dosage	Lancement du dosage	Remplissage
Préparation des solutions	Lancement du dosage	Remplissage

3.4 Clavier PC externe

Touches	Fonction
<ESC>	Avec **<ESC>**, retour au niveau de menu précédent.
<F1>/<START>	Lancement de la méthode sélectionnée
<F2>/<STOP>	Arrêt de la méthode actuelle
<F3>/<EDIT>	Modification de la méthode actuelle, nouvelle méthode, copie de la méthode
<F4>/<FILL>	Remplissage de l'unité interchangeable
<F5>/⚖	Affichage et modification des données de balance Afficher et modifier la mémoire globale avec <Shift> + <F5>
<F6>/<MODE>	Sélection des méthodes, rinçage, configuration du système
<F7>/<SYS>	Configuration du système (sélection de la langue, heure/date…)
<F8/<CAL>	Appel menu de calibration
<F9>/+ / -	Changement de signe
<F10>/<DOS>	Appel du menu de dosage
Num/ Scroll Lock/ Lock	Non disponible
Prt Sc Sys Rq	Non disponible
<ESC>	Sélection du menu de sélection des méthodes dans le menu principal Sinon : Avec **<ESC>**, retour au niveau de menu précédent.
< ↑> < ↓ > <←> <→>	Sélection des différents menus et valeurs chiffrées
0...9	Entrée de valeurs chiffrées
<ENTER>	Confirmation de paramètres entrés
< ←Backspace >	Effacement d'un chiffre entré / d'un caractère entré à gauche près du curseur clignotant
Caractères, signes ASCII	Entrées alphanumériques possibles. Majuscules et minuscules possibles
toutes les autres touches	Sans fonction.

3.5 Structure de menu

Le système comporte 5 menus de sélection :

- Menu de départ ou menu principal
- Paramètres de méthode
- Sélection des méthodes
- Menu de CAL
- Configuration du système

Après la mise en circuit, l’écran affiche toujours le menu principal. La méthode utilisée en dernier lieu est toujours affichée (fig. 24).

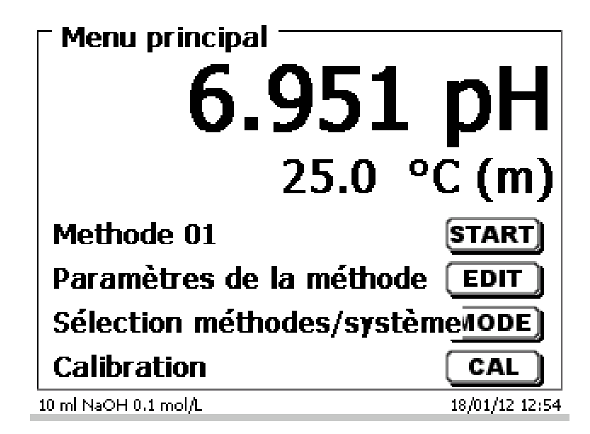


Fig. 24

Il est alors possible d’exécuter aussitôt la méthode affichée en appuyant sur <START>. <EDIT>/F3 donne accès aux paramètres de méthode (fig. 25).

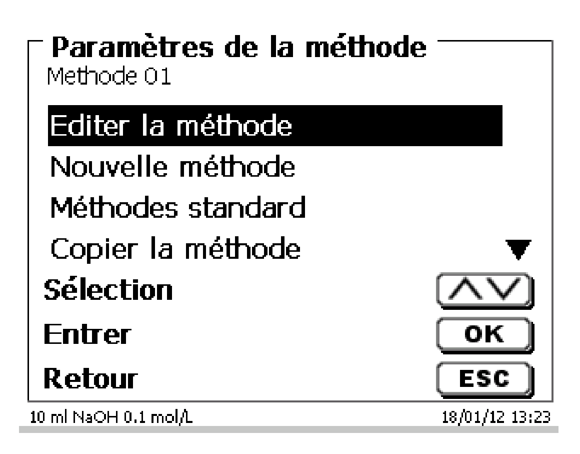


Fig. 25

Il est alors possible de

- modifier la méthode actuelle
- créer une nouvelle méthode
- appeler et enregistrer des méthodes standard
- copier ou effacer des méthodes existantes

Les options de menu se sélectionnent avec les touches <↓> et <↑>. Ensuite, confirmer sa sélection avec <OK>/<ENTER>. Avec <ESC>, on revient au menu principal.

Avec <MODE>/F6, on accède au menu de sélection des méthodes (fig. 26).

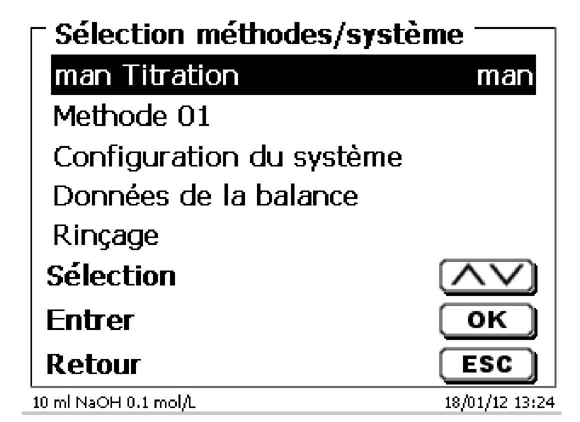


Fig. 26

Sélectionner les méthodes existantes avec <↓> undo <↑> et confirmer sa sélection avec <OK>/<ENTER>. Après la sélection, le système revient aussitôt au menu principal avec la méthode nouvellement sélectionnée. Si aucune méthode n'a été sélectionnées, <ESC> permet également de revenir au menu principal.

L'accès à la configuration du système (fig. 27 et fig. 28) peut être direct, via la touche <SYS>/F7, ou indirect, via le menu de sélection des méthodes.

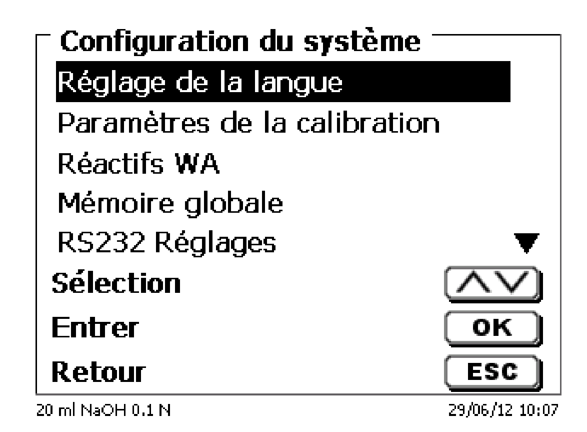


Fig. 27

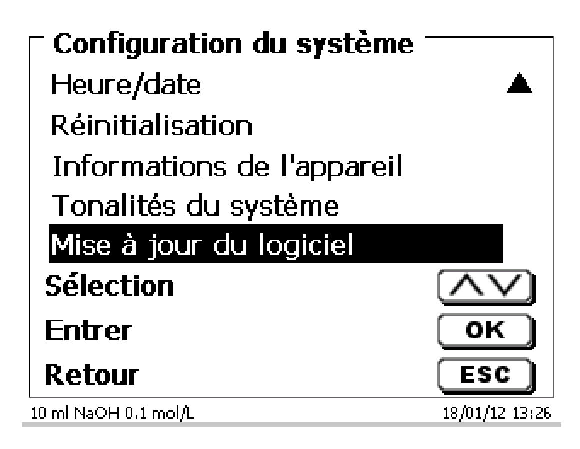


Fig. 28

3.6 Menu principal

Après la mise en circuit, le menu principal s’affiche toujours. La méthode utilisée en dernier lieu est toujours affichée (fig. 29). Dans ce cas, il s’agit d’une méthode de titrage.

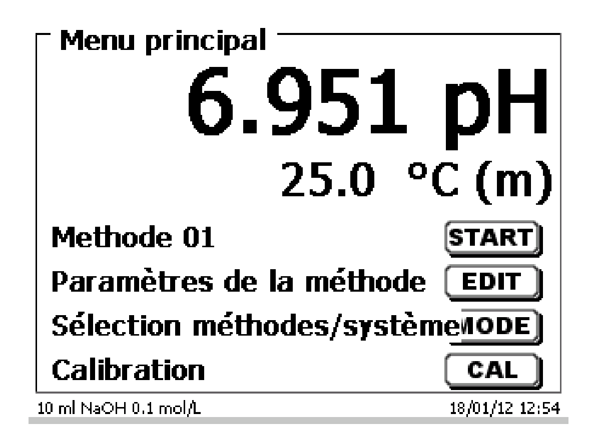


Fig. 29

3.6.1 Titrage automatique

Pour lancer la méthode de titrage, appuyer sur **<START>/<F1>.** Selon le réglage de la méthode, le système demande successivement la désignation de l’échantillon (fig. 30) et la quantité pesée (fig. 31). Un clavier PC externe permet d’entrer une désignation d’échantillon comportant 20 signes alphanumériques.

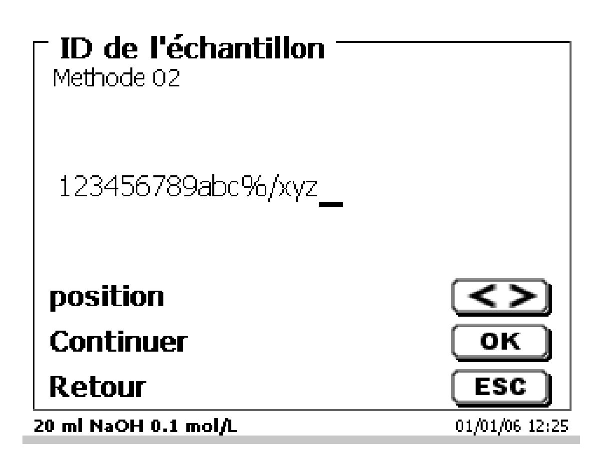


Fig. 30

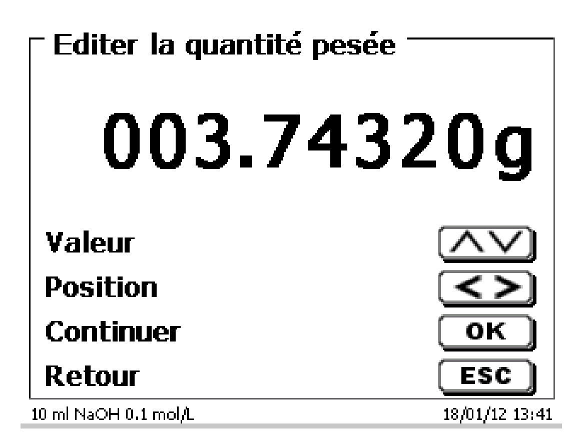


Fig. 31

Il est possible d’entrer les données de balance au moyen du clavier frontal ou du clavier externe. Pour valider les entrées appuyer sur <OK>/<ENTER>.

En cas de reprise automatique des données de la balance, les quantités pesées sont lues dans une mémoire. Si la mémoire ne contient pas de données de balance, un message s’affiche indiquant qu’il n’existe pas de données de balance :

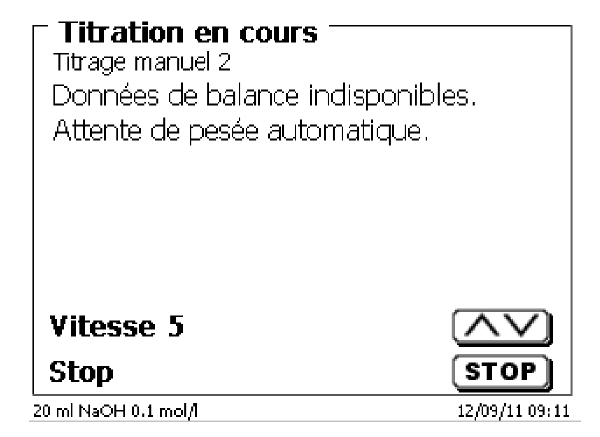


Fig. 32

Il est encore possible de transférer les données de la balance en appuyant sur la touche Print de la balance. Le titrage commence alors directement après le transfert des données de la balance sans autre confirmation. Dans l'affichage, on peut lire la valeur de mesure (pH, mV ou µA) et la consommation actuelle. La valeur de mesure est figurée en caractères un peu plus grands. En haut de l'affichage, on peut lire le message d'état « Titrage en cours » et le nom de la méthode utilisée « Titrage du pH » :

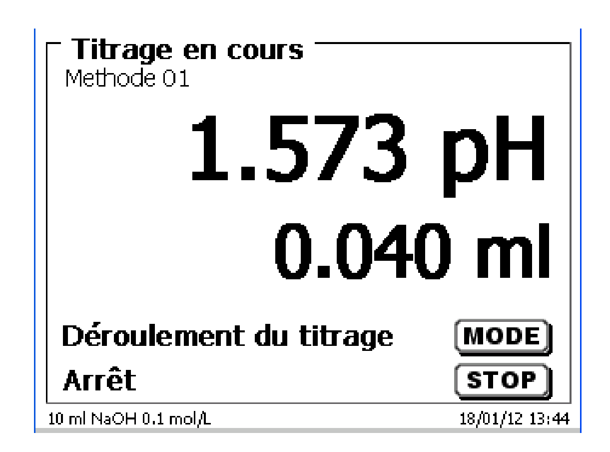


Fig. 33

Il est possible de faire afficher la courbe de titrage en appuyant sur la touche <Mode>/<F6> (fig. 34).

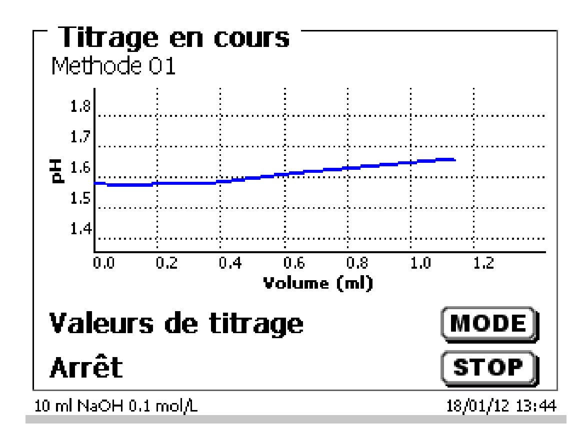


Fig. 34

La consommation est affichée en ml sur l'axe des x et la valeur de mesure sur l'axe des y. La mise à l'échelle du graphique est effectuée de manière automatique. Le résultat s'affiche à la fin du titrage (fig. 35).

Remplissage en cours
Methode 01
pH/temp de départ pH 1.497/ 25.0 °C
pH/temp final pH 7.232/ 25.0 °C
EQ 5.165 ml/pH 5.709
HCl 0.39 ml
Déroulement du titrage MODE
Retour ESC
Préparer l'impression 18/01/12 13:49

Fig. 35

Il est possible d'afficher la courbe de titrage en appuyant sur <MODE>/<F6>. Les courbes de titrage pH et mV indiquent la courbe de mesure (en bleu) et la 1e dérivée (en rouge). Les valeurs et la position du point d'équivalence sont affichées directement dans la courbe.

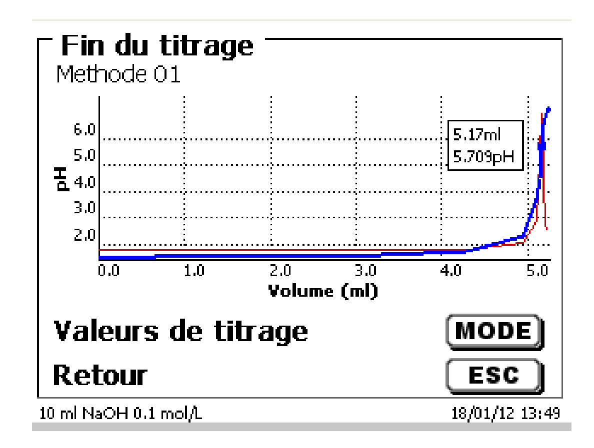


Fig. 36

Si une imprimante est connectée, les résultats sont sortis sur imprimante selon la configuration de la méthode et/ou mémorisés sous forme de fichier PDF sur une clé USB raccordée. Si aucune imprimante ou aucune clé USB n'est raccordée, le message « Pas d'imprimante » ou « Pas de clé USB » s'affiche en bas à gauche de l'écran. En appuyant sur <ESC>, on revient au menu principal et il est possible de lancer aussitôt le titrage suivant.

3.6.2 Calibration (menu CAL)

A partir du menu de base (fig. 37), la calibration se lance en appuyant sur la touche <CAL> du titrateur ou sur la touche <F8/CAL>.

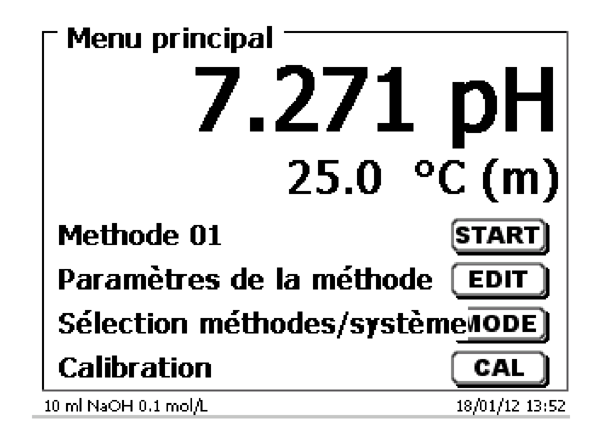


Fig. 37

Le titrateur invite à rincer et plonger l'électrode dans 2 ou 3 tampons successifs :

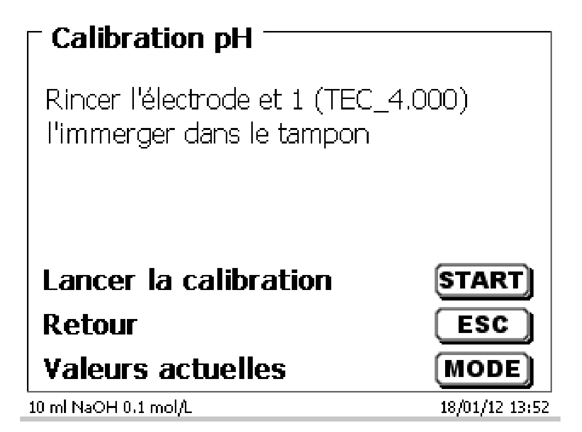


Fig. 38

Le premier tampon se lance avec <Start>. Le 2e et le 3e tampon (optionnel) se lancent avec <Enter/OK>. Pendant la calibration, on peut lire les valeurs actuelles en mV et la température actuelle du tampon :

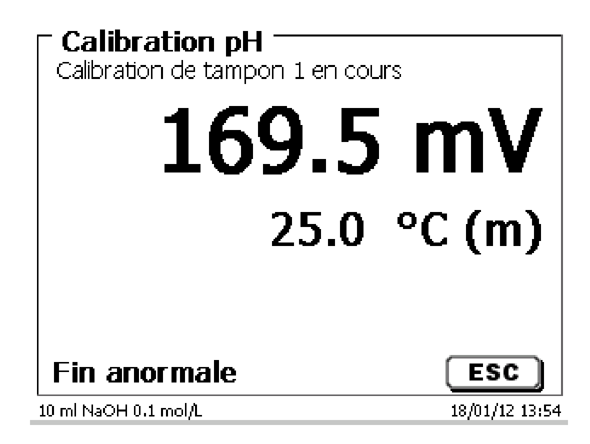


Fig. 39

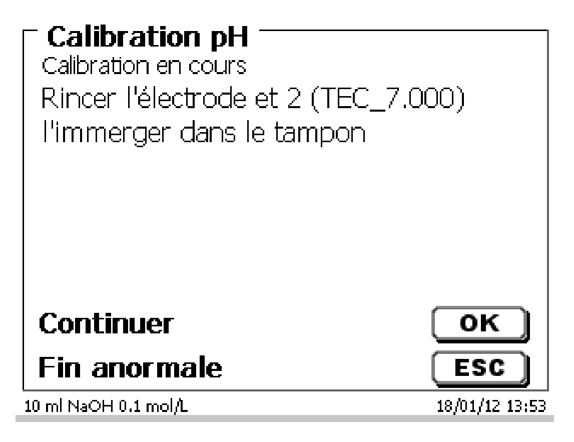


Fig. 40



Fig. 41

A la fin de la calibration, la pente et le point zéro de l’électrode s’affichent :

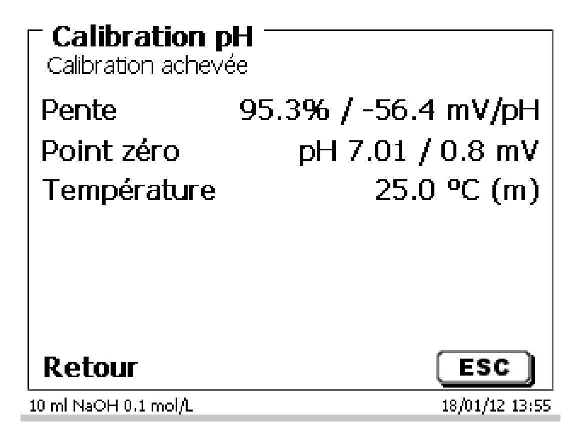


Fig. 42

Les valeurs de calibration sont automatiquement imprimées ou mémorisées sous forme de fichier PDF. Appuyer sur <ESC> pour revenir au menu principal. Il est possible de faire afficher à tout moment les valeurs de calibration actuelles en appuyant sur les touches <CAL> :

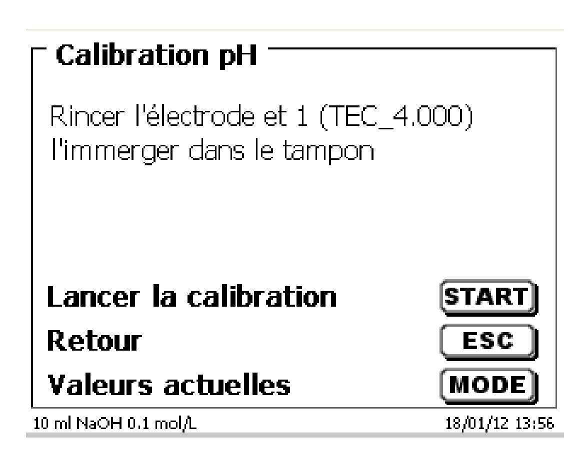


Fig. 43

puis <Mode> :

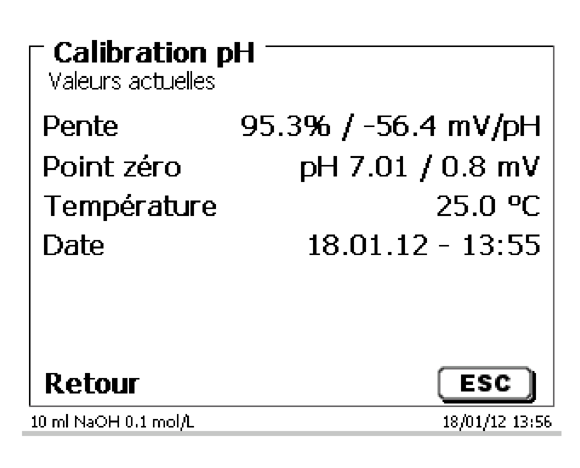


Fig. 44

3.6.3 Titrage manuel

Le titrage manuel est toujours effectué avec le manipulateur manuel appelé communément « souris ». Il n’est pas possible de procéder à un titrage manuel sans manipulateur manuel. La valeur de mesure s’affiche en mV ou en pH. Il est possible de sélectionner cette valeur dans l’option de menu « Paramètres de titrage » Dans ce cas, il s’agit du pH :

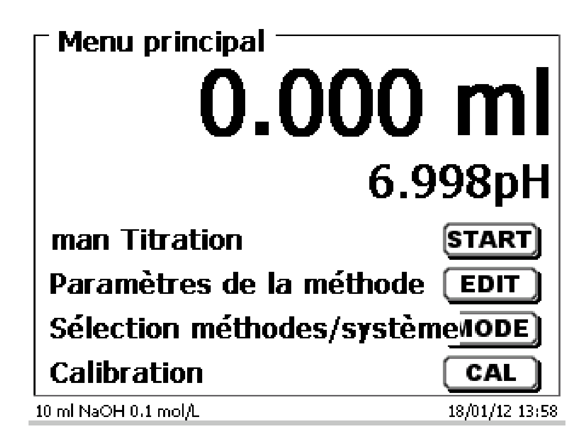


Fig. 45

La méthode de titrage manuelle se lance en appuyant sur **<START>/<F1>** ou en actionnant la touche noire sur le manipulateur manuel. Après l’entrée de la désignation de l’échantillon et/ou de la quantité pesée/fiole jaugée (optionnel – voir également à ce sujet les explications pour le titrage automatique au **chapitre 3.6.1**.), l’affichage suivant apparaît :

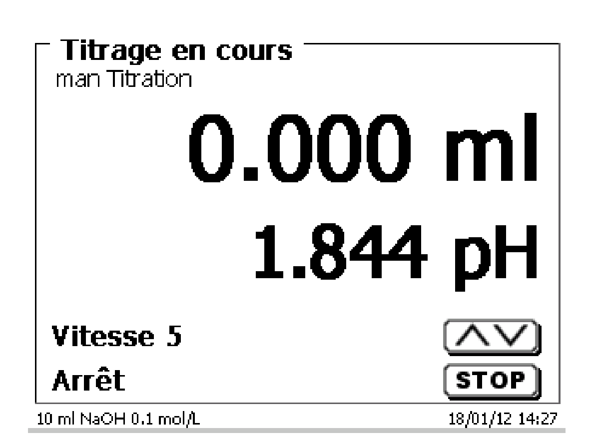


Fig. 46

Le contrôle de la vitesse d’addition s’effectue avec la touche noire du dispositif de pointage (« souris »). Une seule pression de touche jusqu’au premier palier permet d’exécuter un pas correspondant, selon la taille de l’unité interchangeable, à 0,0005 ml (WA 05), 0,001 ml (WA 10), 0,002 ml (WA 20) et 0,005 ml (WA 50).

Lorsque l’on maintient la touche noire enfoncée jusqu’au premier palier, le titrage par addition se poursuit lentement en continu. Lorsqu’on enfonce complètement la touche (2e palier), le titrage par addition se poursuit à une vitesse plus élevée. Les touches fléchées <↓↑> permettent de régler la vitesse du 2e palier selon 5 degrés. Il est également possible de modifier ces degrés en cours de titrage manuel.

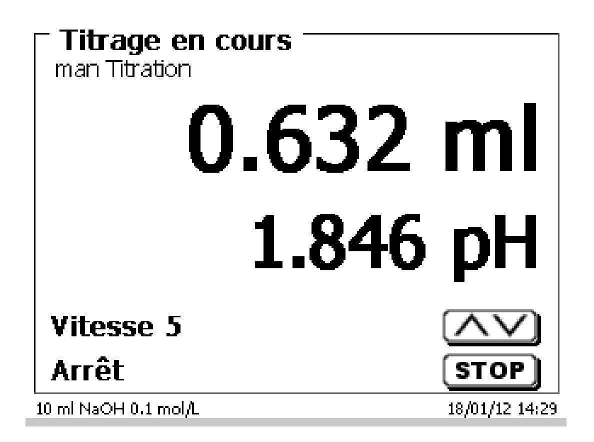


Fig. 47

Le degré 5 correspond à la vitesse de titrage maximale. A chaque degré, la vitesse diminue d'environ 50 %.

Exemple : unité interchangeable WA 20 :

Degré 5	100 % (40,00 ml/min
Degré 4	50 % (20,00 ml/min
Degré 3	25 % (10,00 ml/min
Degré 2	12,5 %(5 ml/min
Degré 1	2,5 ml/min

Lorsque le titrage manuel est achevé, appuyer sur la touche <STOP/F2>. Le résultat du titrage est calculé, puis affiché et, en option, imprimé sur l'imprimante raccordée :

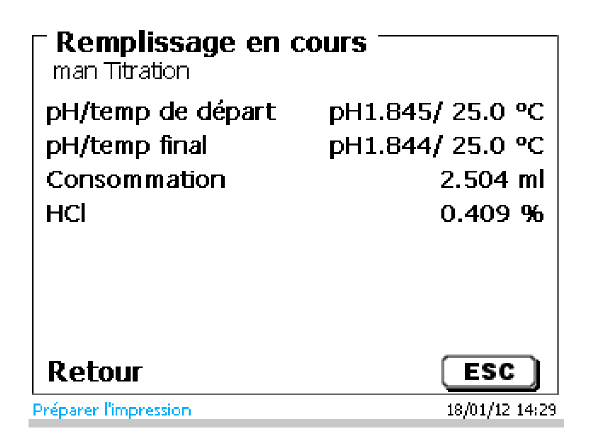


Fig. 48

Le résultat peut également être sorti sur imprimante ou mémorisé sous forme de fichier PDF. Appuyer sur <ESC> pour revenir au menu de départ et, éventuellement, lancer le prochain titrage manuel. L'unité interchangeable est automatiquement remplie.

3.6.4 Dosage

Lancer la méthode de dosage avec <START>/<F1> ou avec la touche noire du dispositif de pointage (« souris »).

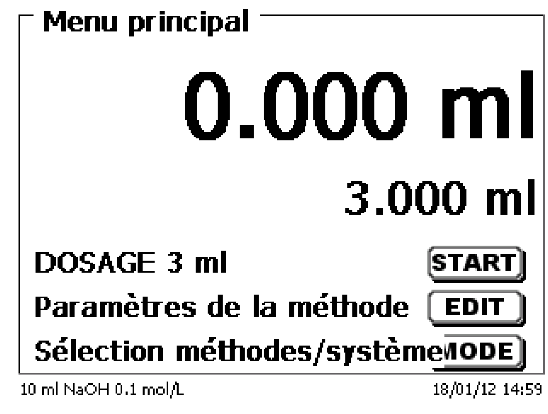


Fig. 49

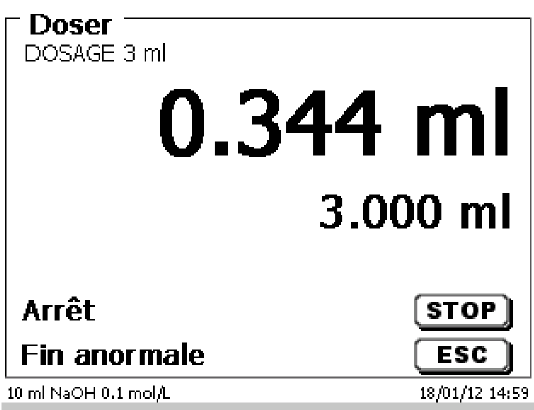


Fig. 50

Le volume dosé s’affiche brièvement avant que le menu principal s’affiche à nouveau.

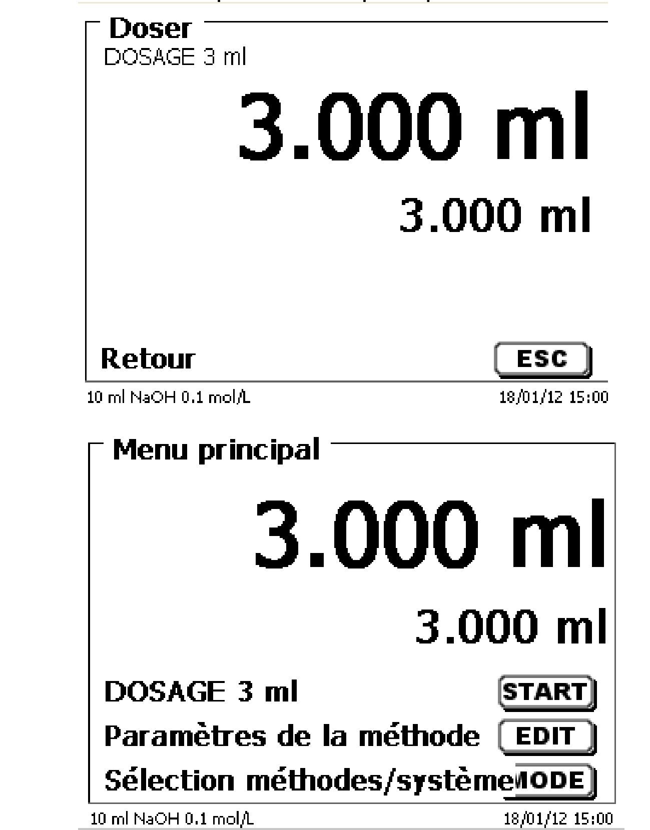


Fig. 51

Fig. 52

Il est possible de lancer aussitôt le dosage suivant. L’unité interchangeable n’est pas automatiquement remplie après le dosage, à moins que le volume de cylindre maximal ne soit atteint ou que l’option de remplissage automatique ne soit activée. Avec <FILL>, il est possible de remplir l’unité interchangeable à tout moment.

Le dosage peut également être exécuté sans méthode de dosage via la touche <DOS>/<F10> du clavier externe :

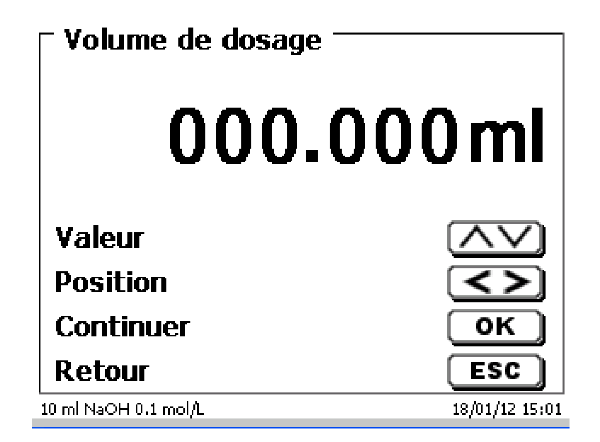


Fig. 53

Le volume est entré et dosé après la confirmation avec <ENTER>/<OK> :

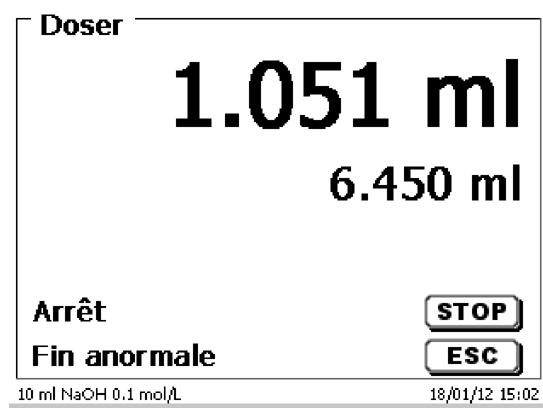


Fig. 54

Pour exécuter d'autres dosages, appuyer sur <ENTER>/<OK>. L'unité

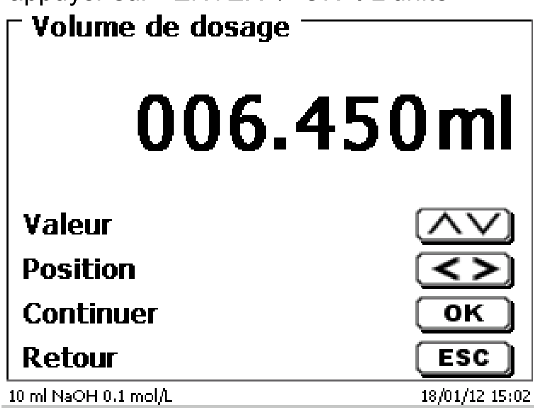


Fig. 55

L'unité interchangeable n'est pas automatiquement remplie après le dosage, à moins que le volume de cylindre maximal ne soit atteint. Avec <FILL>, il est possible de remplir l'unité interchangeable à tout moment. Avec <ESC>, revenir au menu principal.

3.6.5 Préparation de solutions

La « préparation de solutions » est une méthode de dosage spéciale. Un solvant (acide sulfurique, par exemple) est dosé par addition à la quantité pesée d'une substance jusqu'à ce que la concentration désirée soit atteinte :

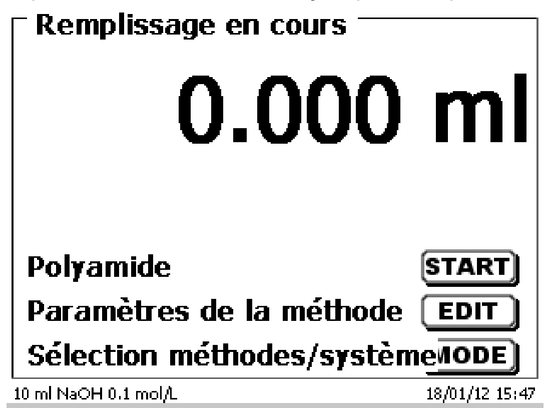


Fig. 56

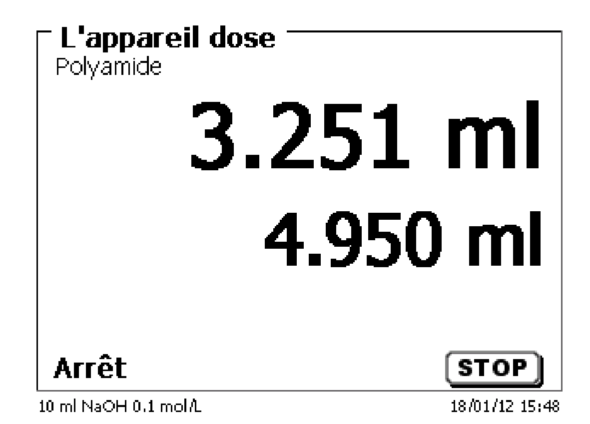


Fig. 57

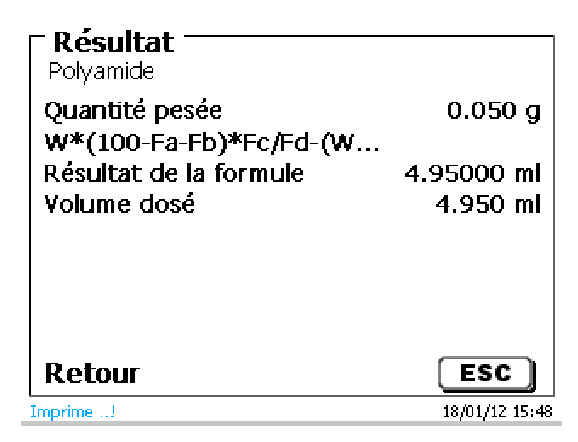


Fig. 58

Si le volume calculé est supérieur au volume maximal réglé, un message d'erreur s'affiche et, pour des raisons de sécurité, le dosage n'est pas effectué :

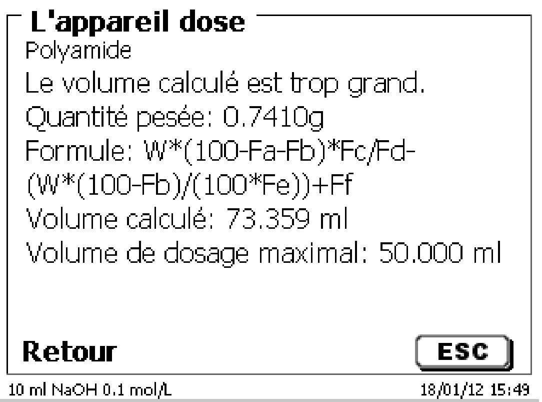


Fig. 59

4 Paramètres de méthode

A partir du menu principal (fig. 56), on accède aux paramètres de méthode avec <EDIT>/<F3> :

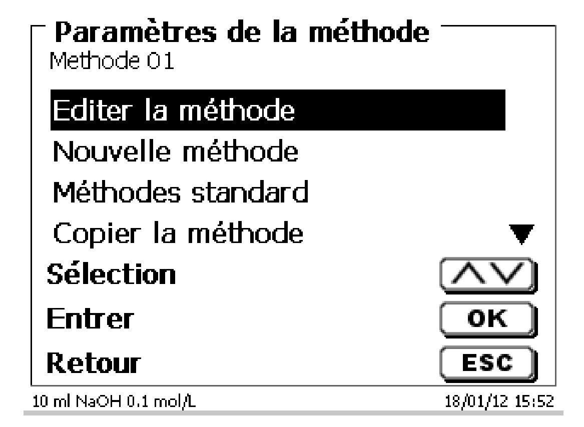


Fig. 60

4.1 Edition d'une méthode et nouvelle méthode

En sélectionnant <Editer une méthode> ou <Nouvelle méthode>, on accède au menu permettant de modifier une méthode ou de créer une nouvelle méthode. En cas de sélection de <Nouvelle méthode>, le système demande toujours l'entrée du nom de la méthode (fig. 61). Cette interrogation n'apparaît pas lorsqu'il s'agit de la modification d'une méthode déjà créée.

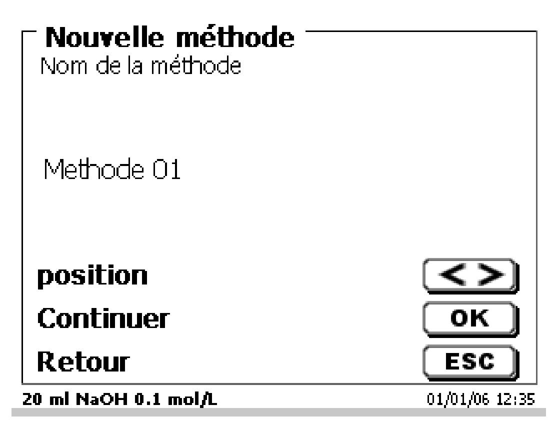


Fig. 61

Le nom de méthode peut contenir jusqu'à 21 caractères. Les signes spéciaux sont également possibles. Si aucun clavier n'est raccordé, il faut reprendre le nom de méthode affiché (ici : « Méthode 06 »). Les numéros de méthode sont affectés automatiquement. Confirmer l'entrée avec <OK>/<ENTER>. Il est possible de modifier le nom de méthode à tout moment. Continuer au **chapitre 4.5**

4.2 Méthodes standard

La mémoire du TitroLine® 6000/7000 contient, sous l'option <Méthodes standard>, une série de méthodes standards prêtes à l'emploi qu'il suffit de sélectionner (fig. 62).

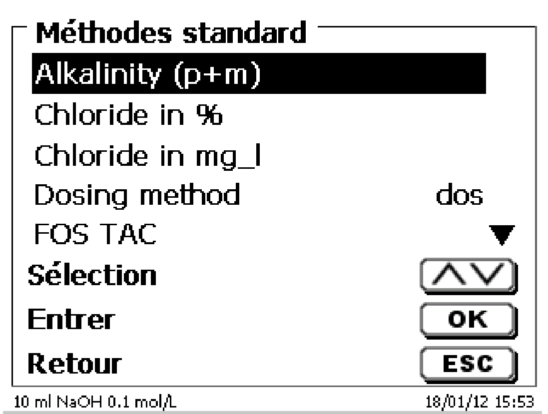


Fig. 62

Une fois la méthode sélectionnée, le système demande aussitôt l'entrée du nom de méthode (fig. 63).

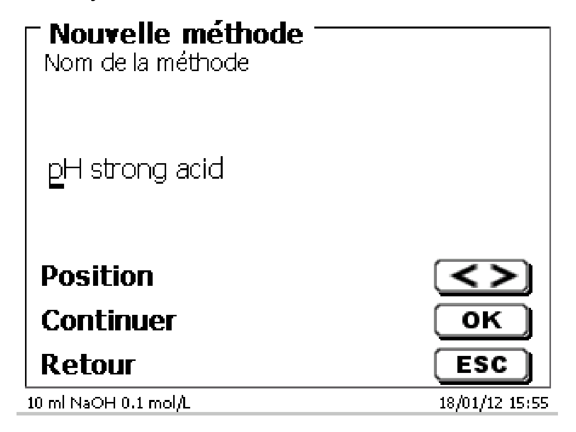


Fig. 63

Il est possible de reprendre le nom standard tel quel ou de le modifier. Ensuite, le système commute sur <Modification des paramètres de méthode>. Continuer au **chapitre 4.5.**

4.3 Copie de méthodes

Il est possible de copier des méthodes et de les enregistrer sous un nouveau nom. Après sélection de la fonction, la méthode actuelle est copiée et il est possible de lui donner un nouveau nom (fig. 64).

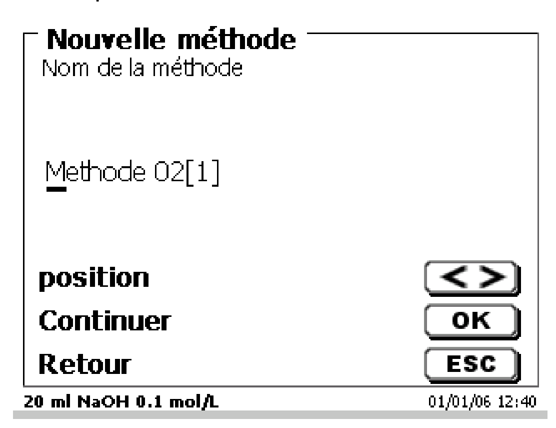


Fig. 64

Un nouveau nom comportant l'extension [1] est automatiquement attribué afin qu'il ne puisse pas exister 2 méthodes portant le même nom. Ensuite, le système commute sur <Modification des paramètres de méthode>. Continuer au **chapitre 4.6.**

4.4 Supprimer de méthodes

Après sélection de la fonction, le système demande si la méthode actuelle doit être vraiment supprimée. Il faut alors sélectionner **<Oui>** de manière explicite et confirmer cette sélection avec <OK>/<ENTER>.

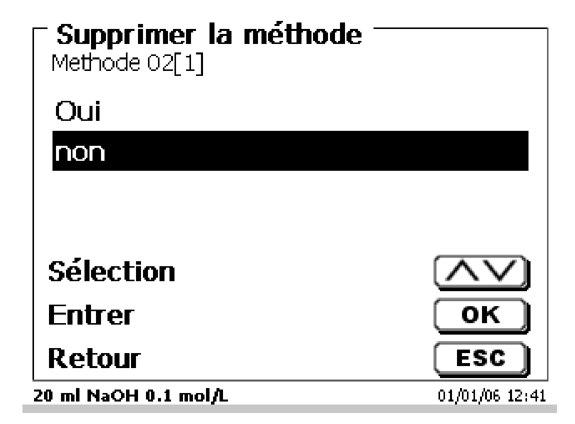


Fig. 65 a

4.5 Impression de la méthode

Il est possible d'imprimer la méthode actuellement sélectionnée sur une imprimante raccordée ou de la mémoriser sous forme de fichier PDF sur une clé USB.

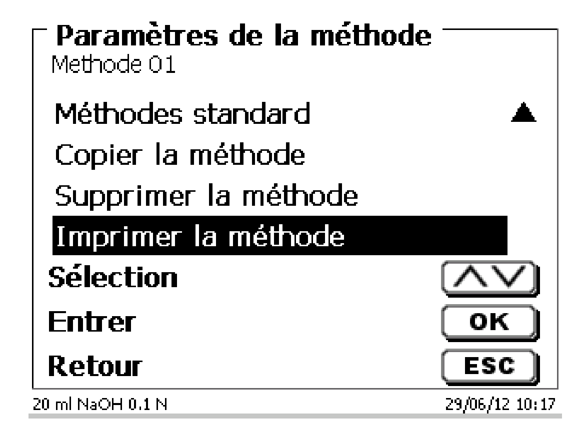


Fig. 65 b

4.6 Modification des paramètres de méthode

L'entrée et la modification du nom de méthode ont déjà été décrites aux **chapitres 4.1** et **4.3**.

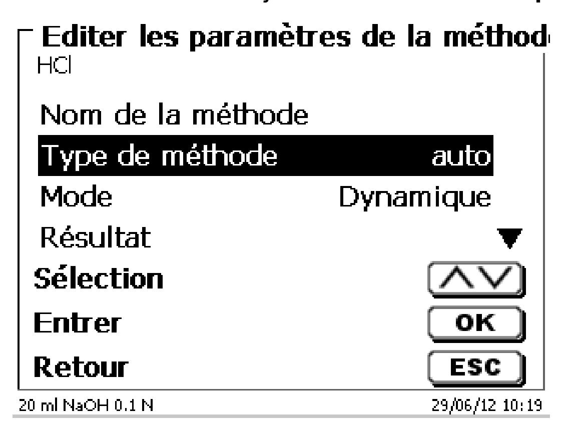


Fig. 66

4.6.1 Type de méthode

L'option de menu <Type de méthode> permet de sélectionner si l'on désire effectuer un titrage automatique ou manuel, un dosage (distribution) ou bien préparer une solution (fig. 67).

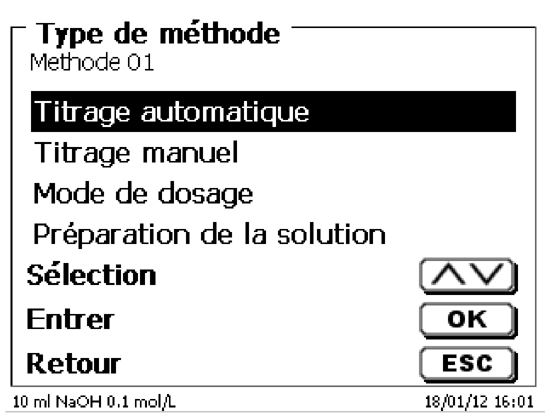


Fig. 67

La sélection du type de méthode influence le paramétrage de la méthode. En cas de sélection du mode dosage, par exemple, il n'est plus possible de sélectionner une formule ou de modifier un mode de titrage (titrage dynamique ou linéaire, etc.).

4.6.2 Mode titrage automatique

Pour un titrage automatique, il est possible de sélectionner l'un des modes suivants :

- Titrage linéaire (pH et mV)
- Titrage dynamique (pH et mV)
- Titrage sur point final (pH, mV)
- Titrage Dead stop (µA)
- Titrage pH Stat (pH)

4.6.2.1 Titrage linéaire

Pour le titrage linéaire, pendant la totalité du titrage, le processus de titrage s'effectue avec des pas de dosage identiques. Le titrage linéaire est souvent utilisé pour les échantillons plus difficiles ou inconnus. Les échantillons difficiles sont, par exemple, le chlorure sous forme de traces (-> tracé de la courbe très plat) ou les titrages en milieux non aqueux. Si on appliquait dans ce cas un réglage dynamique du titrage, cela n'apporterait aucun avantage. Dans le cas de courbes trop plates, il y aurait utilisation, selon les paramètres, de pas de dosage soit trop petits soit trop grands. Voici un exemple de courbe au tracé plat et plutôt irrégulier (fig. 68).

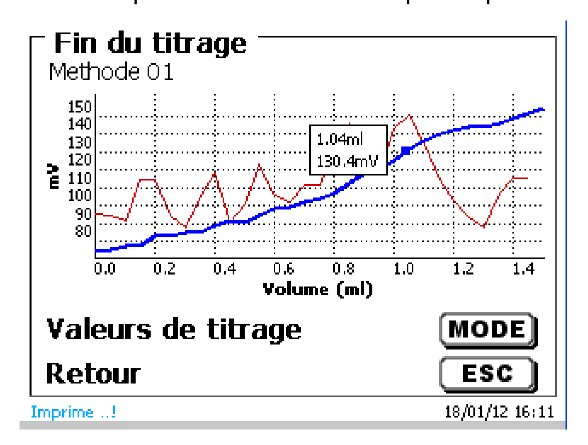


Fig. 68

Le titrage a été effectué par titrage linéaire avec un pas de dosage de 0,05 ml. Un réglage dynamique du titrage avec pas de dosage adapté à la pente de la courbe donnerait ici une courbe au tracé encore plus irrégulier.

Le titrage linéaire est possible uniquement pour les titrages mV et pH.

4.6.2.2 Titrage dynamique

Pour le titrage dynamique, les pas de dosage sont adaptés à la modification des valeurs de mesure /ml (pente, inclinaison de la courbe). Les petites valeurs de pente exigent de grands pas de dosage et les grandes valeurs de pente exigent de petits pas de dosage. La plupart des points de mesure ultérieurement importants pour l'évaluation du point d'équivalence (EQ) y sont alors pris en compte.

Le titrage dynamique commence par trois petits pas de dosage identiques, p. ex. 0,01 ml, puis avec doublement jusqu'à ce que soit atteint le pas de dosage maximal, p. ex. 0,5 ou 1 ml. Si, cependant, les valeurs de pente s'accroissent pendant le titrage, les pas de dosage redeviennent plus petits jusqu'à ce que soit atteint le pas de dosage minimal, p. ex. 0,01 ml. Dans l'exemple suivant (fig. 69), entre 100 et 250 mV ont été titrés avec les pas de dosage les plus petits (ici 0,01 ml). Avec un réglage linéaire du titrage avec des pas de dosage de 0,05 voire même de 0,1 ml, il ne serait pris en compte que 1 à 2 points de mesure entre 100 et 250 mV. Il s'ensuit un calcul du point d'équivalence de moindre précision.

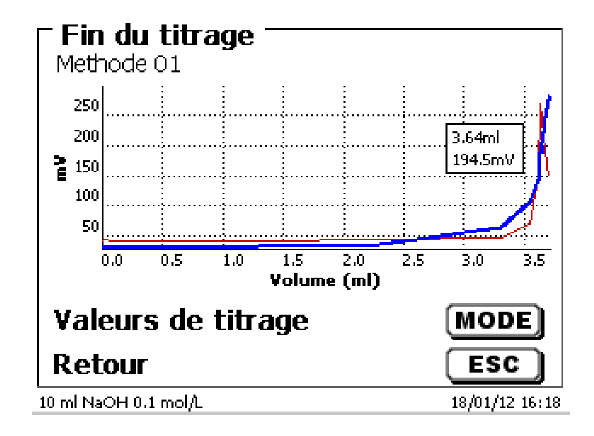


Fig. 69

Le titrage dynamique est possible uniquement pour les titrages mV et pH.

4.6.2.3 Titrage à point final (EP)

Pour un titrage à point final, le titrage est effectué avec la plus grande précision possible pour atteindre un point final prédéterminé en pH, mV ou µA. En pH et en mV, il est également possible de procéder à un titrage à deux points finaux. La consommation au point final est utilisée comme résultat. En pH, les exemples classiques de titrage à point final sont l'acide total dans le vin ou les boissons et la valeur p+m (capacité acide). Un exemple classique de titrage à point final en µA est fourni par la détermination de l'acide sulfureux ou dioxyde de soufre (SO_2) dans le vin et les boissons.

Pour le titrage à point final, dans une première étape, le dosage est effectué en continu jusqu'à une valeur delta du point final réglé. La vitesse de dosage est réglable. Entre la valeur delta et le point final, le titrage est alors effectué sous contrôle de la dérive avec un pas de dosage linéaire jusqu'au point final.

Exemple : Détermination de la capacité acide Ks 4,3 (valeur m)

Point final pH :	4,30
Valeur delta de pH :	1,00
Pas de dosage linéaire :	0,02
Vitesse de dosage :	10 %
Retard point final :	5 s
Dérive :	moyenne (20 mV/min)

Le titrage est effectué à la vitesse de dosage réglée jusqu'à une valeur de pH de 5,30. Ensuite, la méthode commute sur un pas de dosage de 0,02 ml jusqu'à ce que soit atteint le point final de pH 4,50 ou moins. Si la valeur repasse au-dessus de pH 4,50 dans les 5 secondes, on ajoute encore un pas de dosage de 0,02 ml. La consommation en ml est déterminée à pH 4,50 exactement.

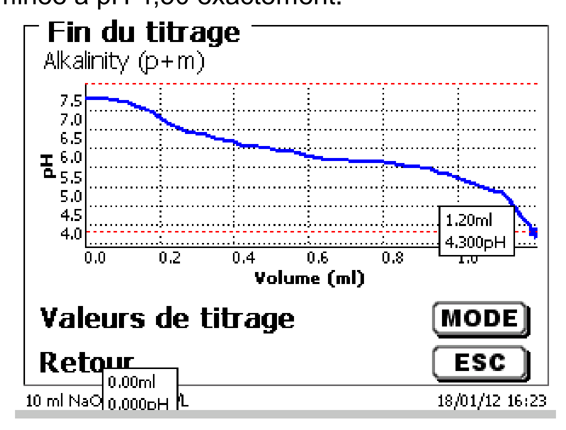


Fig. 70 a

4.6.2.4 Titrage pH-Stat

Le titrage pH-Stat est une forme particulière de titrage à point final, qui se déroule en deux stades différents. Dans le premier stade, la valeur du pH de consigne est d'abord titrée et la valeur de pH est maintenue constante pendant un temps défini au cours du deuxième stade. Dans le premier stade, le TitroLine® 7000 fonctionne de la même manière que pour le simple titrage à point final du pH (voir ci-dessus). La valeur de pH est donc sous

contrôle de la dérive au cours de la dernière phase avant le point final ou prise en continu de manière classique pendant un temps fixe. Au cours de cette phase, les additions sont effectuées par titrage avec un pas de dosage linéaire. Dès que le pH de consigne est atteint, il passe immédiatement au deuxième stade, le pH-stat à proprement dit. Cela signifie que le contrôle de la dérive est désormais omis et qu'il y a un temps d'attente fixe de « zéro » seconde entre le stade de titrage et l'acquisition de la valeur de mesure. C'est d'ailleurs nécessaire, sinon il ne serait pas possible de maintenir la valeur de pH pendant un temps défini dans de nombreux cas.

Au cours du titrage, la courbe pH/temps ou ml/temps et la valeur de pH/ml peuvent être affichées de manière équivalente.

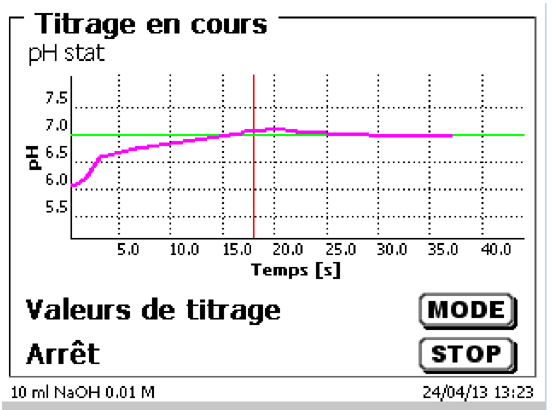


Fig. 70 b

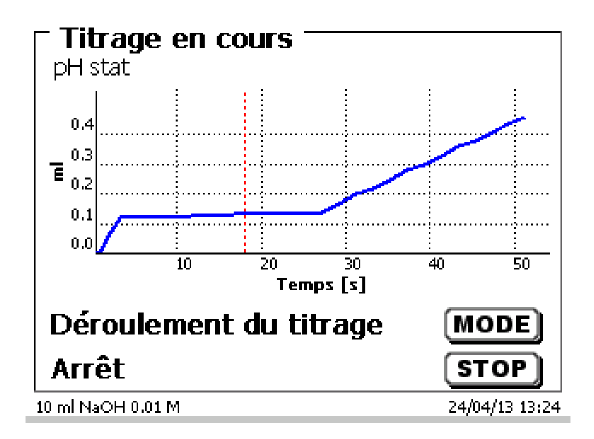


Fig. 70 c

4.6.3 Résultat

On commence par déterminer les options de calcul (seulement titrage dynamique et linéaire) :

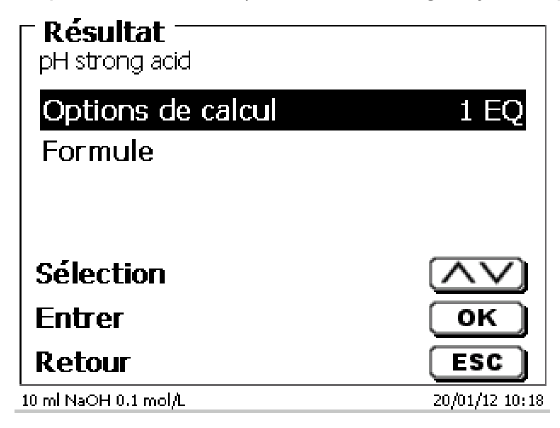


Fig. 71 a

Avec le TitroLine® 6000, il est possible d'évaluer 1 point d'inflexion (1 EQ) :

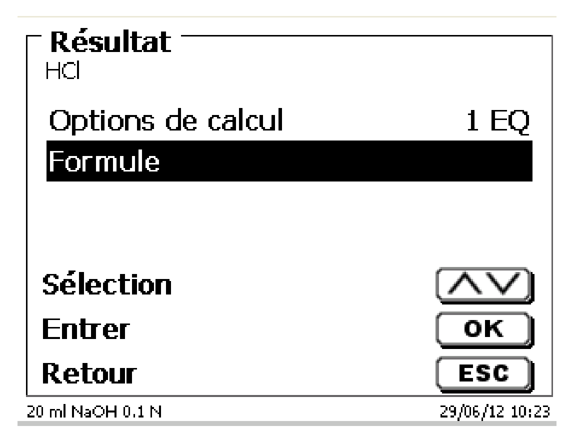


Fig. 71 b

Avec le TitroLine® 7000 , il est possible d'évaluer jusqu'à 2 points d'inflexion (2 EQ) :

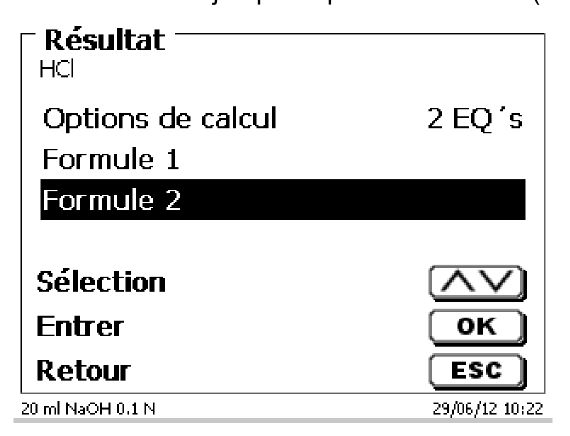


Fig. 71 c

L'option « Seulement consommation totale » retient la consommation à la dernière valeur pH/mV mesurée.
L'option « Evaluation du point d'équivalence » utilise le point d'équivalence calculé de la courbe de titrage.
L'option « **Formule »** propose les possibilités de réglage suivantes :

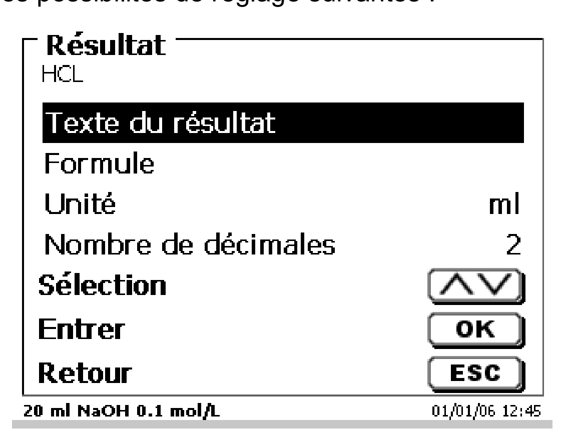


Fig. 71 d

Le **texte du résultat** peut contenir jusqu'à 21 signes alphanumériques, signes spéciaux compris :

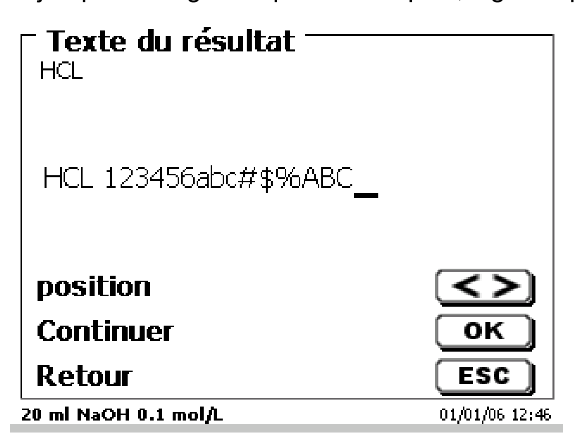


Fig. 72

Confirmer l'entrée avec <OK</<ENTER>. S'il y a 2 résultats, comme par exemple pour le titrage à deux points finaux de pH, il est possible d'entrer 2 textes de résultat.

4.6.3.1 Formules

Dans l'option de menu **Sélection de la formule**, sélectionner la formule de calcul appropriée :

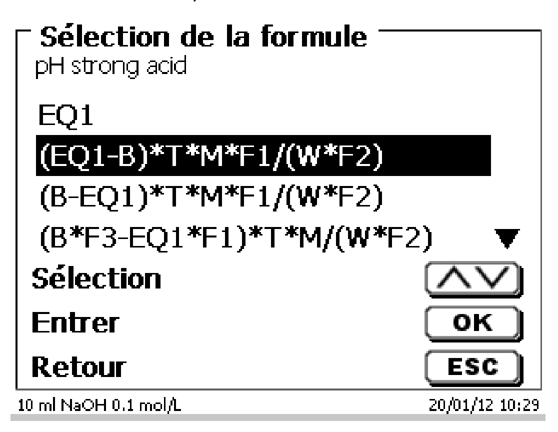


Fig. 73 a

Avec le TitroLine® 7000, si deux points d'inflexion (2 EQ) sont sélectionnés, il est possible de sélectionner la formule 1 et la formule 2.

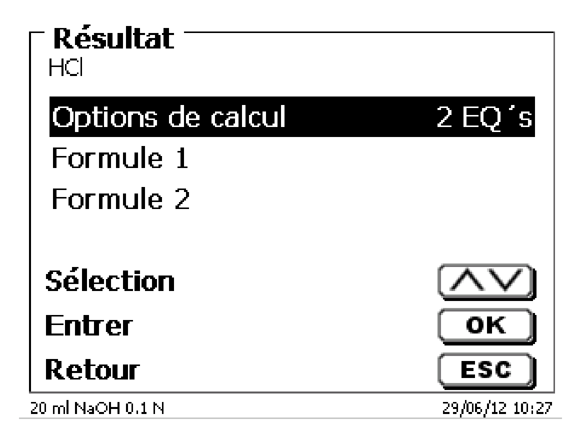


Fig. 73 b

Avec la deuxième formule, on sélectionne la formule de calcul pour le deuxième point d'inflexion (EQ).

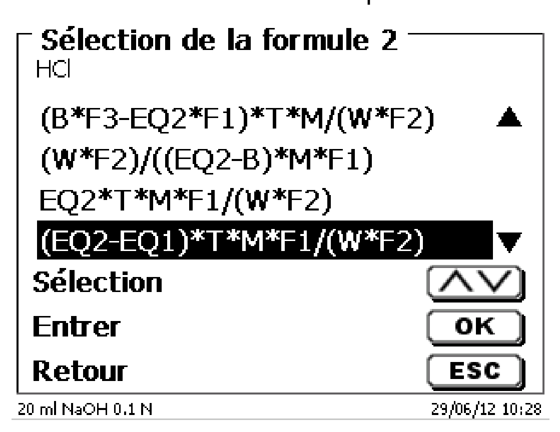


Fig. 73 c

Les formules de calcul suivantes sont disponibles:

Formule titrage linéaire et dynamique à EQ1	**Formules pour titrages à point final (EP 1 et EP 2)**	**Remarque**
Pas de formule		Il n’est alors déterminé aucun résultat.
(EQ1-B)*T*M*F1/(W*F2)	(EP1-B)*T*M*F1/(W*F2)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon avec prise en compte d'une valeur à blanc en ml. Titrage direct à un EQ ou EP 1 (exemple : chlorure, valeur p ou m).
(B–EQ1)*T*M*F1/(W*F2)	(B-EP1)*T*M*F1/(W*F2)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon avec prise en compte d'une valeur à blanc en ml. Titrage en retour (Exemple: DCO, indice de saponification).
(B*F3–EQ1*F1)*T*M/(W*F2)	(B*F3–EP1*F1)*T*M/(W*F2)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon avec prise en compte d'une valeur à blanc, facteur multiplicatif compris. Titrage en retour.
(W*F2)/(EQ1-B)*M*F1)	(W*F2)/(EP1-B)*M*F1)	Formule pour le calcul du titre (T) d'une solution de titrage.
(W*F2)/(EQ1-B)*M*T*F1)	(W*F2)/(EP1-B)*M*T*F1)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon avec prise en compte d'une valeur à blanc en ml. Titrage direct à 1 EQ ou 1 EP.
(W*F2)/(B-EQ1)*M*T*F1)	(W*F2)/(B-EP1)*M*T*F1)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon avec prise en compte d'une valeur à blanc en ml. Titrage en retour (Exemple: NCO, Epoxy…).
EQ1	EP1	Calcule la consommation au point d’équivalence ou au point final.
	EP2*T*M*F1/(W*F2)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon. Titrage direct à 2 EP. Ici EP2 (valeur p et m)
	(EP2-EP2)*T*M*F1/(W*F2)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon. Titrage direct à 2 EP. Ici calcul de la différence entre EP2-EP1.
	(EP2-EP2)*T*M*F1/(W*F2)	Formule pour le calcul de la concentration d’un échantillon. Titrage direct à 2 EP. Ici calcul de la différence entre EP2-EP1 en tenant compte d’un facteur multiplicatif pour EP2.
	(F1/W) * EP1 *F2	Calcul du CIT (**c**arbonate **i**norganique **t**otal/réserve calcique)
	((F1/W)*(EP2-EP1) * F3-F4)*F5	Calcul de la valeur AOV (**a**cides **o**rganiques **v**olatiles)
		Valeur CIT/AOV

Les formules suivantes sont également disponibles pour le TitroLine® 7000 :

Formule titrage linéaire et dynamique à EQ2		Remarque
EQ2		La consommation est calculée en ml au niveau de l'EQ2
(EQ2-B)*T*M*F1/(W*F2)		Formule pour le calcul de la concentration d'un échantillon prenant en compte une valeur à blanc en ml. Titrage direct à un EQ 2. (p. ex. acide phosphorique)
(B–EQ2)*T*M*F1/(W*F2)		Formule pour le calcul de la concentration d'un échantillon prenant en compte une valeur à blanc en ml. Titrage en retour.
(B*F3–EQ2*F1)*T*M/(W*F2)		Formule pour le calcul de la concentration d'un échantillon prenant en compte une valeur à blanc, avec facteur multiplicatif. Titrage en retour avec utilisation du 2e EQ
(EQ2-EQ1)*T*M*F1/(W*F2)		Calcul de la différence entre EQ2 et EQ1 prenant en compte d'autres facteurs, dont la quantité pesée
(F3*EQ2-EQ1)*T*M*F1/(W*F2)		Calcul de la différence entre EQ2 et EQ1 prenant en compte d'autres facteurs, dont la quantité pesée
(W*F2)/(EQ2-B)*M*F1)		Formule pour le calcul du titre (T) d'une solution de titrage avec utilisation du 2e EQ.
(W*F2)/(EQ2-B)*M*T*F1)		Formule pour le calcul de la concentration d'un échantillon prenant en compte une valeur à blanc en ml. Titrage direct à EQ2.
(W*F2)/(B-EQ2)*M*T*F1)		Formule pour le calcul de la concentration d'un échantillon prenant en compte une valeur à blanc en ml. Titrage en retour avec utilisation du 2e EQ
(EQ2*F1)-F2		Calcul du 2e EQ, avec facteur multiplicatif et membre soustractif.
(EQ2-EQ1)*F3		Calcul de la différence entre EQ2 et EQ1 avec facteur multiplicatif.
	ml	Pour le pH-Stat : seulement consommation totale
	ml*T*M*F1/(W*F2)	Pour le pH-Stat : formule de la consommation totale prenant en compte la quantité d'échantillons et d'autres facteurs
	S*T*M*F1/(W*F2)	Pour le pH-Stat : formule de calcul de la pente en ml/s prenant en compte le calcul des facteurs dont la quantité pesée/tracé.

Les abréviations contenues dans ces formules ont la signification suivante

ml :	Consommation totale, p.ex. pour pH-Stat
S :	Pente en ml/temps (pH-Stat)
EQ	Consommation au point d'équivalence 1 et 2 en ml
EP	Consommation au point final en ml
B:	Valeur à blanc en ml. La plupart du temps déterminée par titrage
T:	Titre de la solution de titrage (p.ex. 0,09986)

M: Mol ; poids moléculaire ou équivalent de l'échantillon (p.ex. NaCl 58,44)
F1-F5 Facteur 1-5 Facteur de conversion
W « weight », quantité pesée en g ou volume d'échantillon en ml.

Après sélection d'une formule, confirmer avec <OK>/<ENTER> :

Paramètres de la formule
(ml-B)*T*M*F1/(W*F2)
B (Valeur à blanc) 0.0000ml
T (Titre) 1.00000000
M (Mol) 1.00000
F1 (Facteur 1) 1.0000
Sélection
Entrer OK
Retour ESC
50 ml Na2S2O3 30/11/11 09:33

Fig. 74

Il est possible d'entrer les valeurs pour la valeur à blanc, le titre et les facteurs F1-F5 ou de les lire dans la mémoire globale. Les valeurs contenues dans la mémoire globale ont été préalablement déterminées par titrage puis mémorisées ou entrées manuellement :

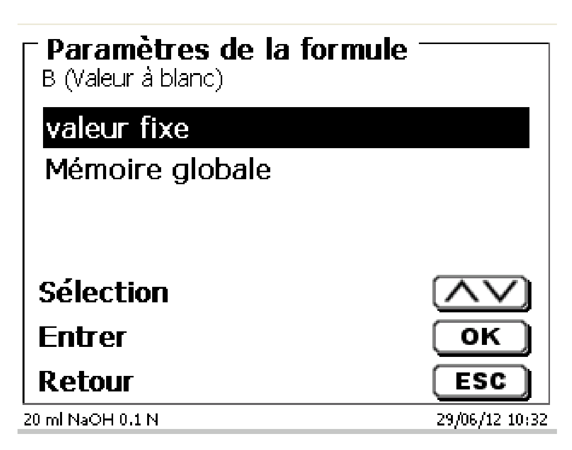


Fig. 75 a

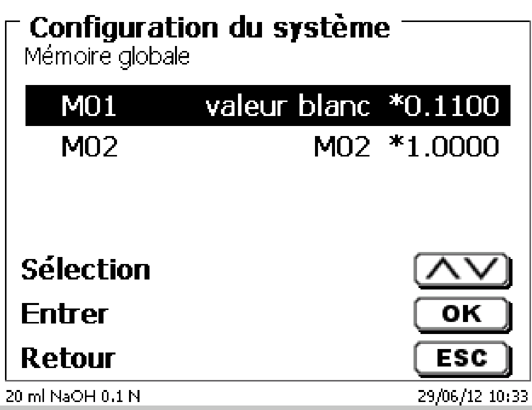


Fig. 75 b

La mémoire globale utilisée est affichée. Dans l'exemple présent, c'est la mémoire M01 :

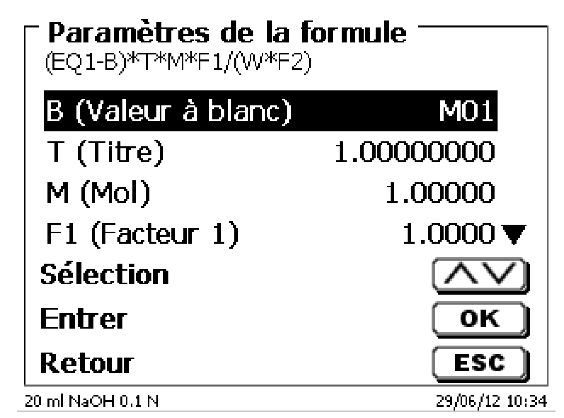


Fig. 75 c

La mémorisation de résultats dans des mémoires globales est décrite au chapitre 4.6.3.7.

Il est alors possible d'entrer séparément les différents paramètres des formules de calcul sélectionnées :

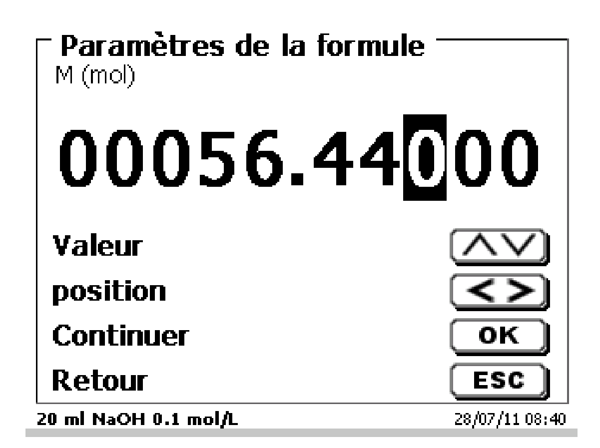


Fig. 75 d

4.6.3.2 Quantité pesée et volume d'échantillon (quantité d'échantillon

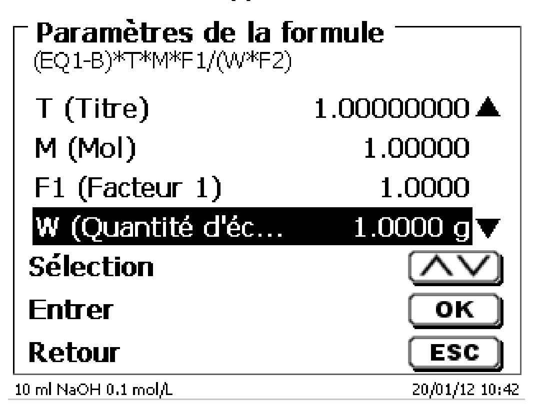


Fig. 76



Fig. 77

Pour la quantité d’échantillon (W), l’utilisateur choisit s’il désire utiliser une quantité pesée ou un volume d’échantillon pour le titrage ou la préparation de la solution.

Les options sont les suivantes (Fig. 62) :

- **Quantité pesée manuelle** : Au lancement de la méthode, le système demande la quantité pesée en g et l’utilisateur l’entre manuellement.
- **Quantité pesée automatique** : La quantité pesée est automatiquement transférée par une balance raccordée.
- **Quantité pesée fixe** : L’utilisateur entre une quantité pesée fixe en g. Celle-ci est ensuite automatiquement utilisée lors de chaque essai de la méthode sans interrogation de la quantité pesée.
- **Volume d’échantillon manuel** : Au lancement de la méthode, le système demande le volume d’échantillon en ml et l’utilisateur l’entre manuellement.
- **Volume d’échantillon fixe** : L’utilisateur entre un volume d’échantillon fixe en ml. Celui-ci est ensuite automatiquement utilisé lors de chaque essai de la méthode sans interrogation du volume d’échantillon.

4.6.3.3 Unité de formule

L’unité de formule peut être sélectionnée dans l’option de menu **Unité**.

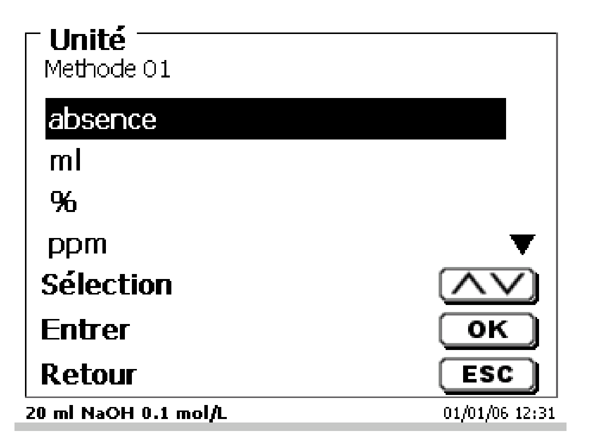


Fig. 78

Après la sélection (p.ex. %), l’unité s’affiche également sur l’écran à titre d’information :

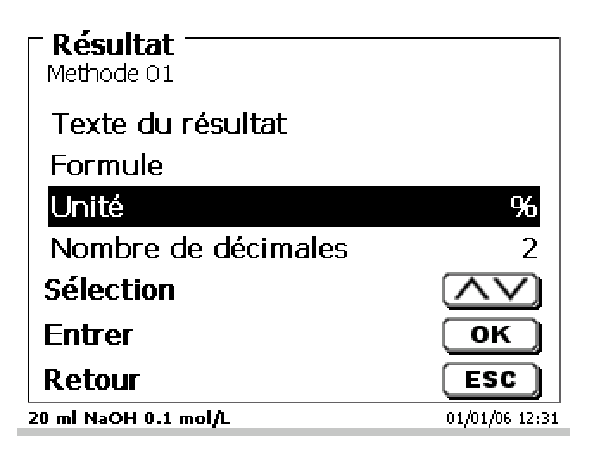


Fig. 79

4.6.3.4 Ajout de formules pour solutions

Le mode ajout de solutions propose à la sélection des formules de calcul particulières. Sélectionner la formule de calcul adéquate dans l'option de menu **Sélection de formule** :

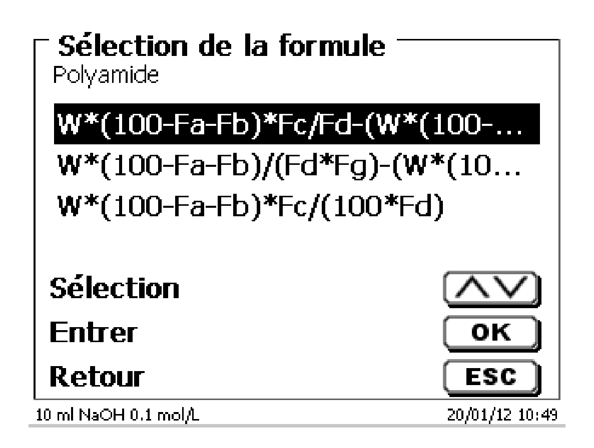


Fig. 80

Il est possible de sélectionner 3 formules de calcul différentes :

W*(100-Fa-Fb)*Fc/Fd - W*(100-Fb)/(100*Fe) +Ff

W*(100-Fa-Fb)*(Fd/Fg) - W*(100-Fb)/(100*Fg) +Ff

W*(100-Fa-Fb)*Fc/(100*Fd)

Signification des différents facteurs :

W : Quantité pesée d'échantillon en g

Fa : Part de composants étrangers solubles en %

Fb : Part de composants étrangers insolubles en %

Fc : Facteur de conversion pour unité

g/l	= 10
mg/l et ppm	= 10000
g/100 ml	= 1
%	= 1

Fd : Concentration de consigne de la solution à préparer en g/l, mg/l (ppm), g/100 ml ou %

Fe : Densité de l'échantillon pesé en g/cm³

Ff : Correction du volume en ml. Cette correction du volume représente le dosage en sus nécessaire pour compenser la contraction du volume et la différence de densité entre l'échantillon pesé et le solvant (voir remarque relative à la correction du volume)

Fg : Densité du solvant utilisé en g/cm³

Remarque relative à la correction du volume :

L'utilisateur doit décider au cas par cas si une correction du volume est nécessaire et selon quel procédé celle-ci doit être effectuée. Pour les solutions à très faible contenu de substances dissoutes, il est généralement possible de renoncer à la correction du volume.

4.6.3.5 Décimales

Enfin, il est également possible de fixer le nombre des décimales de 0 à 6. Le réglage standard est 2.

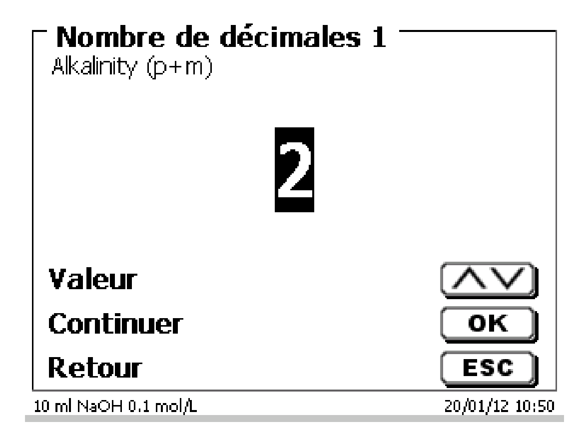


Fig. 81 a

4.6.3.6 Statistique

L'utilisation de la statistique permet de calculer et de documenter automatiquement la moyenne et l'écart type relatif.

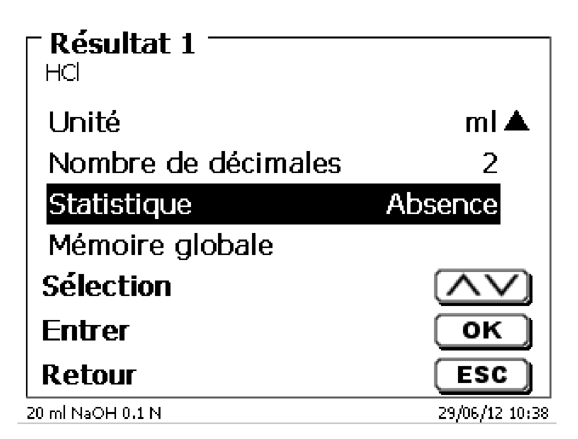


Fig. 81 b

La moyenne peut déjà être calculée à partir de 2 valeurs, l'écart type relatif à partir de 3 valeurs seulement. Le nombre maximal de valeurs est de 10.

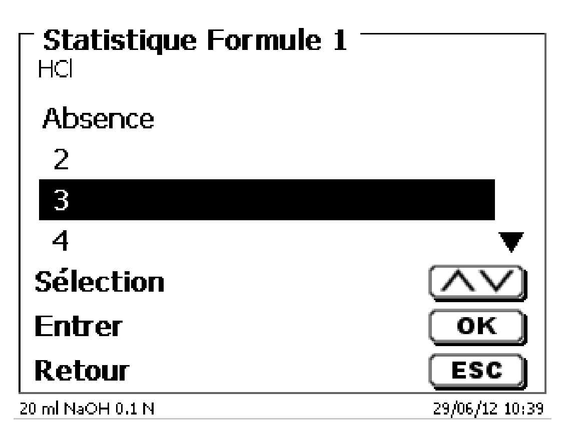


Fig. 81 c

La moyenne et l'écart type relatif s'affichent directement à l'écran.

Remplissage en cours
pH strong acid 3 de 3
EQ 2.799 ml / pH 5.978
result 2.11 %
Moyenne 1.97 %
Ecart stand... 6.15 %
page prochaine MODE
Retour ESC
20 ml NaOH 0.1 N 29/06/12 10:46

Fig. 81 d

4.6.3.7 Mémoires globales

Il est possible de mémoriser les résultats de titrages dans 50 mémoires globales (M01 – M50) en vue de calculs ultérieurs.

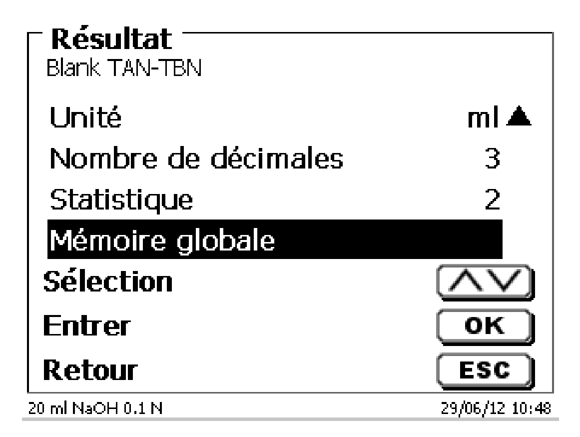


Fig. 81 e

Lorsque la statistique est activée, la moyenne est mémorisée dans la mémoire globale. Avec **<Enter/OK>**, on accède au sous-menu. Si aucune mémoire globale n'a encore été créée, il est possible de créer une mémoire en appuyant sur la touche d'insertion **<Ins>**. Le titrateur propose un nom de mémoire, p. ex. **M01** (M01- M50). Le nom de la mémoire peut être modifié selon les applications. Ici, dans l'exemple présent, de « **M01** » à **« valeur blanc »**.

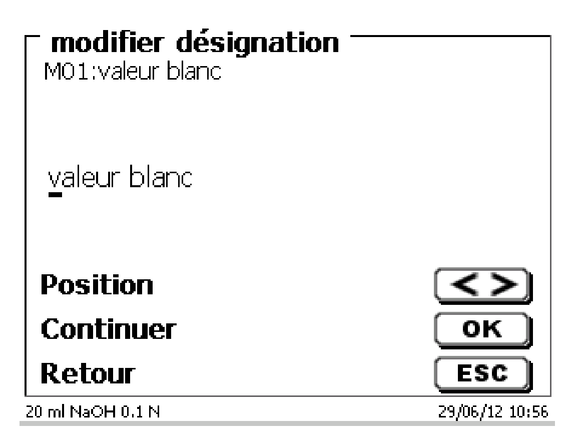


Fig. 81 f

Cela facilite l'affectation ultérieure de la mémoire globale à une autre méthode.
Exemple : On détermine la valeur à blanc d'un titrage de chlorure au moyen d'une méthode particulière. Le résultat en ml est alors automatiquement inscrit dans la mémoire globale M01 avec la mention « valeur à blanc ». Dans la méthode appliquée au chlorure, la valeur à blanc est alors automatiquement déduite de la consommation de solution de titrage. Ici, dans l'exemple présent, 0,035 ml :

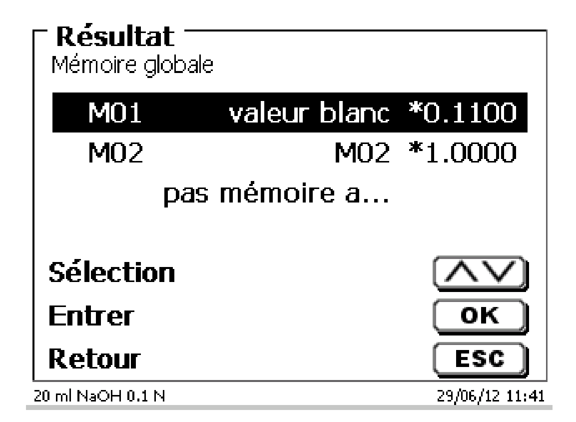


Fig. 81 g

Avec Shift+F5 ou par le biais des réglages système, il est possible d'entrer à tout moment dans le menu régissant les mémoires globales. Avec EDIT/F3, il est possible de modifier la désignation ou les valeurs et de faire afficher les méthodes dans lesquelles sont utilisées les mémoires globales.

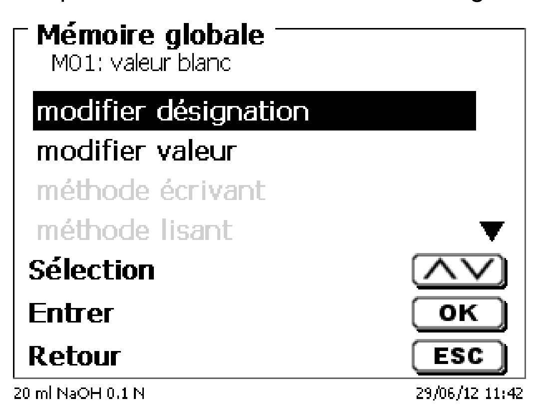


Fig. 81 h

4.6.4 Paramètres de titrage

L'option de menu **<Paramètres de titrage>** permet de déterminer les paramètres de la méthode à proprement dit :

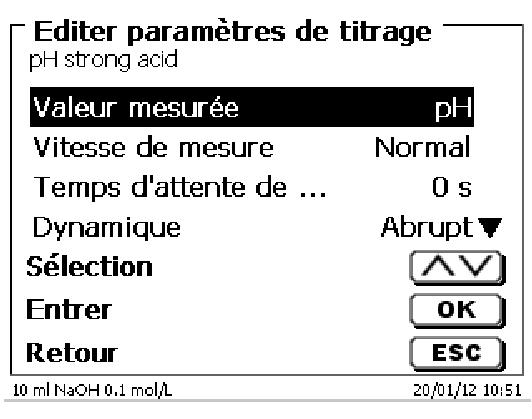


Fig. 82

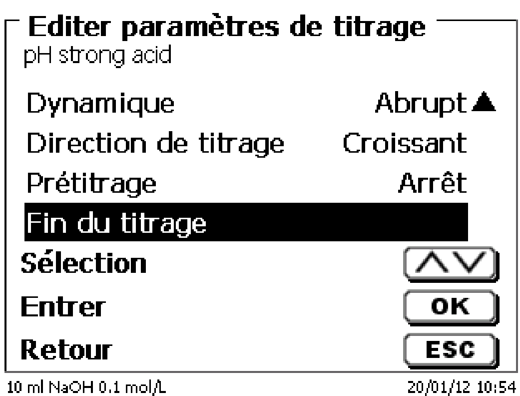


Fig. 83

Paramètres de titrage généralement valables

Il est possible d'entrer différents paramètres selon le mode de titrage (titrage dynamique, linéaire ou à point final, Titrage dead stop et titrage pH-Stat). Les paramètres suivants sont valables pour tous les modes de titrage automatiques :

- Valeur de mesure (pH, mV, µA)
- Vitesse de mesure
- Temps d'attente de démarrage
- Pré-titrage
- Fin du titrage

La vitesse de mesure et la fin du titrage divergent toutefois à nouveau selon le mode de titrage.

Sélectionner d'abord la **<Valeur de mesure>**. Dans cet exemple, « pH » a été sélectionné.

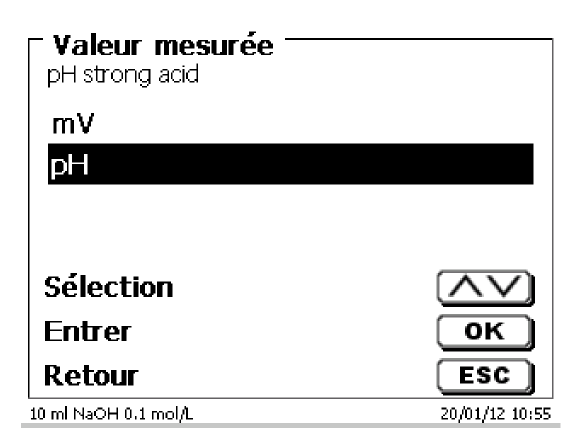


Fig. 84

La valeur de mesure sélectionnée s'affiche pour information :

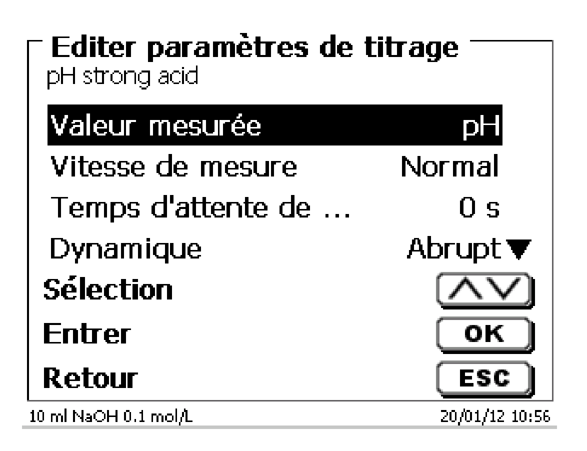


Fig. 85

La **<Vitesse de mesure>**, ou dérive, permet de déterminer après combien de temps la valeur de mesure sera reprise après le pas de dosage :

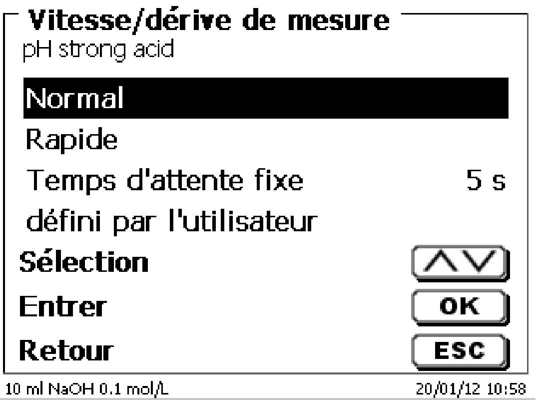


Fig. 86

Les réglages « **Normal** », « **Rapide** » et « **Défini par l'utilisateur** » sont disponibles pour la reprise de la valeur de mesure en mV/min avec contrôle de la dérive. Pour une dérive normale et rapide, des valeurs de dérive en mV/min sont prédéterminées :

Dérive normale 20 mV/min
Dérive rapide 50 mV/min

Petite valeur de dérive = lente et précise
Grande valeur de dérive = rapide et « moins précise »

Lors du réglage de la dérive défini par l'utilisateur, il est possible de déterminer les paramètres suivants :

Temps d'attente minimal [s] :	01 - 99
Temps d'attente maximal [s] :	01 - 99
Temps de mesure : [s]	01 - 99
Dérive [mv/min]	01 – 99

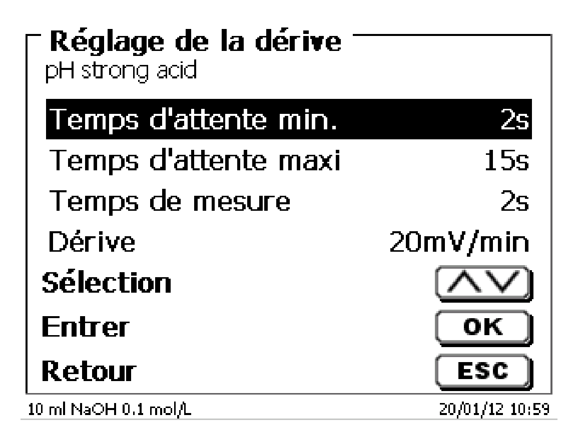


Fig. 87

Si l'on a auparavant sélectionné la dérive normale ou rapide, les valeurs de la dérive définie par l'utilisateur sont prédéterminées. Ici, p. ex., 20 mV pour la dérive normale :

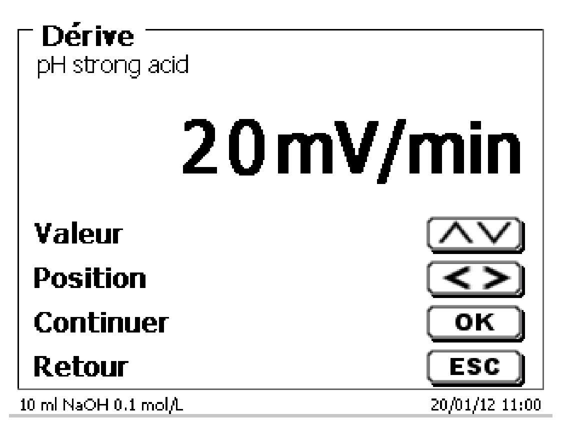


Fig. 88

La reprise des valeurs de mesure avec contrôle de la dérive est retenue pour la plupart des applications. Il y a cependant des applications pour lesquelles il vaut mieux régler un temps d'attente fixe pour la reprise de la valeur de mesure après le pas de dosage. Un exemple en est fourni par les titrages en milieux non aqueux. Pour le titrage dead stop, il est possible de sélectionner uniquement le temps d'attente fixe. Le temps d'attente fixe peut être réglé entre 0 et 999 secondes :

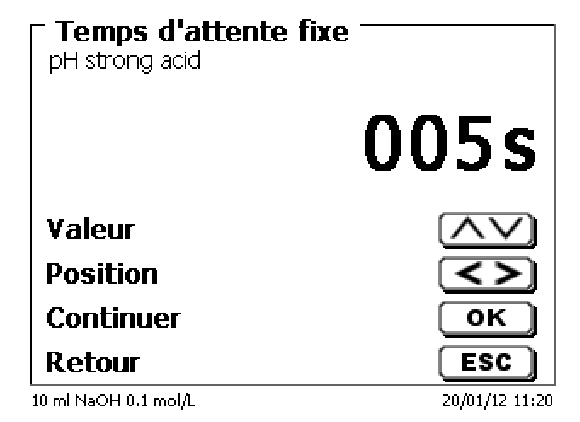


Fig. 89

Après le démarrage du titrage, il est souvent intéressant de laisser agiter l'échantillon pendant un temps défini afin, par exemple, de dissoudre un échantillon. Ce temps d'attente avant le premier ajout de solution de titrage se règle sous l'option **<Temps d'attente de départe>**. Le temps d'attente de départ peut être réglé entre 0 et 999 secondes :

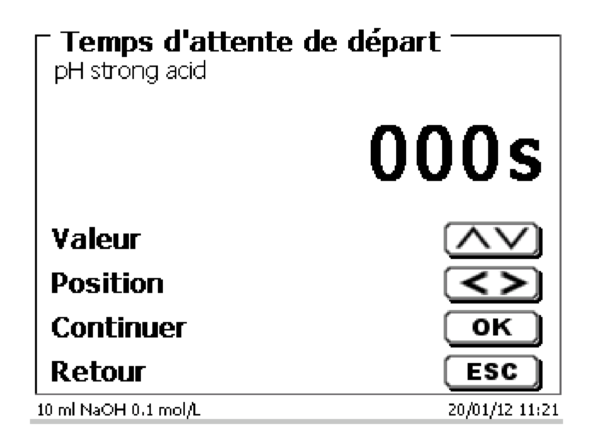


Fig. 90

Dynamique

Si un réglage dynamique du titrage a été sélectionné, il est possible d'opter entre 3 degrés différents : Abrupt, Moyen et Plat. Le réglage des paramètres de dynamisme définis par l'utilisateur est possible uniquement sur le TitroLine® 7000. Pour les trois premiers degrés, les paramètres de dynamisme et les pas de dosage minimal et maximal sont prédéterminés :

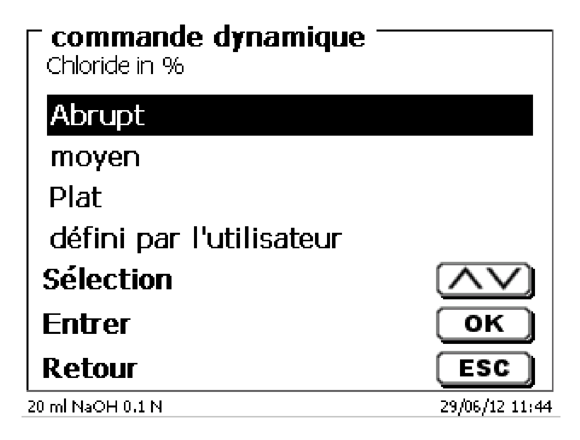


Fig. 91 a

Paramètres de dynamisme	Pas de dosage minimal/maximal	Applications
Abrupt	0,02/1,0	Acides et bases forts (HCl, NaOH, HNO3 etc.), titrage du redox comme le fer (permanganométrique ou cérimétrique), halogénides, concentrations élevées
Moyen	0,02/1,0	Titrages iodométriques, halogénides, acides et bases de force moyenne
Plat	0,05/0,5	Acides et bases faibles, titrages avec Ca-ISE ou Cu-ISE

Les paramètres dynamiques réglables sur le TitroLine® 7000 :

Editer paramètres de titrage
Chloride in %
Pas de dosage maximal 1.000ml
Pente pour ml maximum 15.00
Pas de dosage minimal 0.020ml
Pente pour ml minimum 230.00
Sélection
Entrer OK
Retour ESC
20 ml NaOH 0.1 N 29/06/12 11:47

Fig. 91 b

Réglage d'amortissement

De même, la modification du réglage de l'amortissement est possible uniquement sur le TitroLine® 7000. Le TitroLine® 6000 fonctionne toujours sans amortissement.

Editer paramètres de titrage
Chloride in %
Pas de dosage maximal 1.000ml
Pente pour ml maximum 15.00
Pas de dosage minimal 0.020ml
Pente pour ml minimum 230.00
Sélection
Entrer OK
Retour ESC
20 ml NaOH 0.1 N 29/06/12 11:49

Fig. 91 c

Si l'amortissement est activé (faible, moyen ou fort), le signal pH ou mV est beaucoup plus stable une fois écoulé un temps de réglage déterminé. C'est pourquoi il y a également lieu d'observer un temps d'attente minimum correspondant aux différents réglages de l'amortissement :

Réglage de l'amortissement	Temps d'attente minimal	Application
Aucun	1 seconde	Tous les titrages en milieu aqueux
Faible	2 -3 secondes	Titrages dans des solvants polaires comme l'éthanol p. ex.
Moyen	3 – 4 secondes	Titrages dans des solvants partiellement non polaires éthanol/toluène
Fort	5 secondes ou plus	Titrage dans des solvants non polaires ou dans des applications difficiles, TAN p. ex.

Titrage linéaire

Si un réglage de titrage linéaire a été sélectionné, il faut déterminer le pas de dosage.

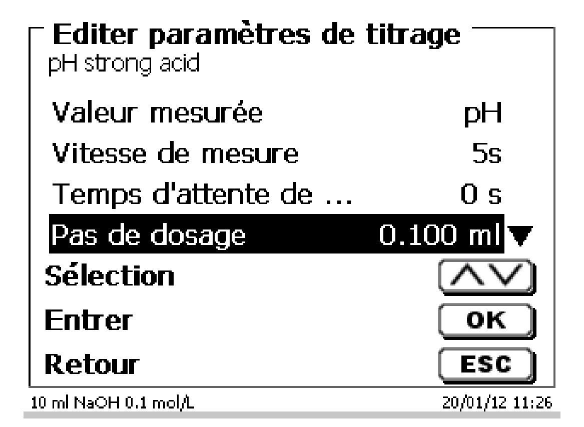


Fig. 92

Le pas de dosage linéaire peut être réglé entre 0,001 et 5,000 ml.

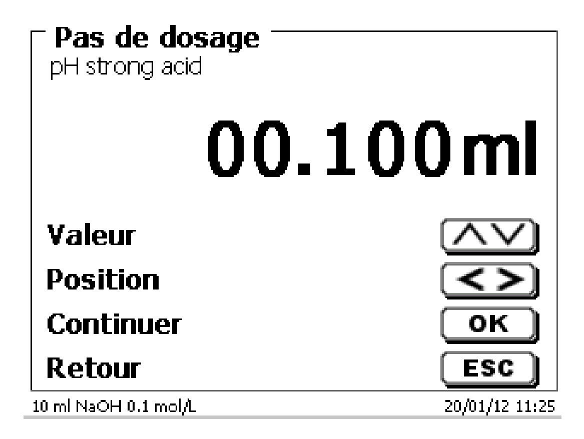


Fig. 93

Il est également possible de régler le pas de dosage linéaire pour le titrage sur point final (pH, mV et dead stop). Pour ce type de titrage, le pas de dosage linéaire est utilisé en continu après le premier degré de titrage.

Sens de titrage

Le sens de titrage peut être réglé sur « **croissant** » ou « **décroissant** ». Si on désire, par exemple, effectuer le titrage de l'acidité totale à un pH de 8,1 au NaOH, il faut régler sur « croissant ». Pour le titrage de la capacité acide (« valeur m ») au HCl à un pH de 4,3, il faut régler sur « décroissant ».

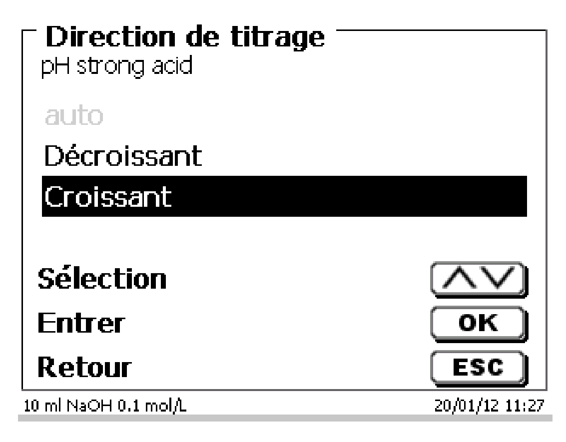


Fig. 94

Si la consommation de titrant est à peu près connue, il est possible de régler un volume de pré-titrage dans le menu **<Pré-titrage>**. Dans ce cas, après le temps d'attente de démarrage, un volume au dosage défini est ajouté (= pré-titré). Après l'ajout du volume de pré-titrage, un temps d'attente défini s'écoule avant l'ajout du pas de dosage suivant. Le volume de pré-titrage est automatiquement ajouté à la consommation de titrant. Le volume de

pré-titrage peut être réglé entre 0,000 et 99,999 ml et le temps d'attente après le pré-titrage entre 0 et 999 secondes :

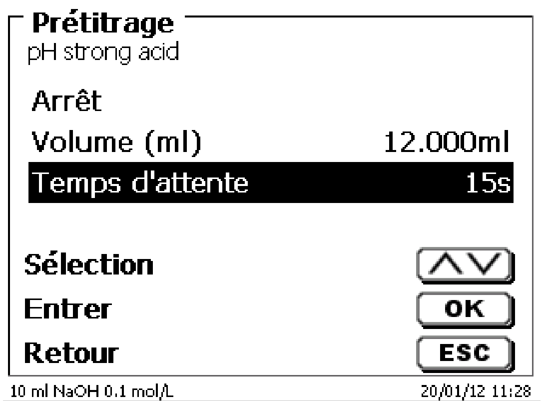


Fig. 95

Fin du titrage

La fin d'un titrage est atteinte et le résultat est calculé lorsque :

- La **valeur finale** prédéterminée pH, mV ou µA est atteinte.
- Dans le cas d'un titrage linéaire ou dynamique, les critères (abrupt, plat, **valeur de pente**) sont remplis pour un point d'inflexion (point d'équivalence = **EQ**).
- La valeur en ml est atteinte (**volume de titrage maximal**).
- Ou lorsque le titrage manuel est quitté par actionnement de la touche <Stop>.

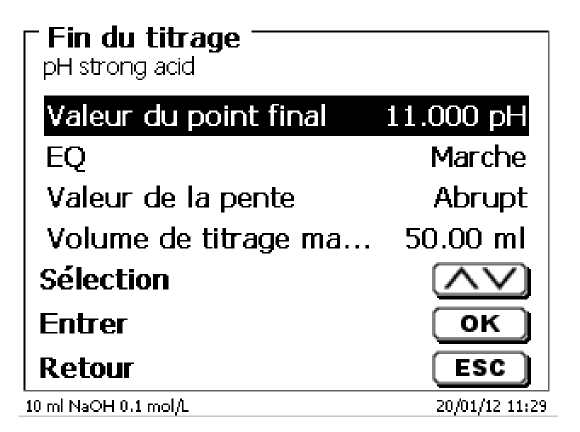


Fig. 96

Le critère pour la valeur finale pH et mV peut également être désactivé. Pour les titrages µA (dead stop), la valeur ne peut pas être désactivée !

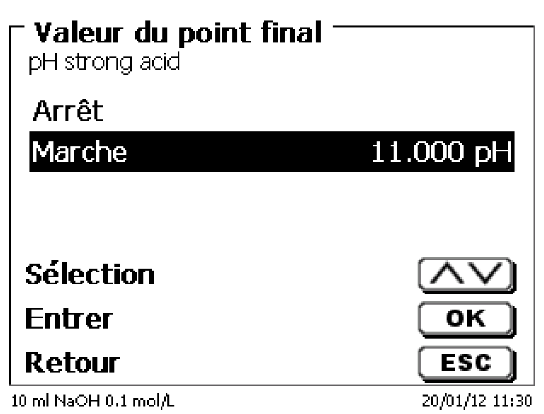


Fig. 97

La valeur finale en pH peut être entrée entre 0,000 et 14,000.
La valeur finale en mV peut être entrée entre –2000 et +2000.
La valeur finale µA peut-être entrée entre 0,0 et 100,0.

Dans le cas du titrage linéaire ou dynamique, la reconnaissance automatique du point d'équivalence (EQ) peut être activée et désactivée.

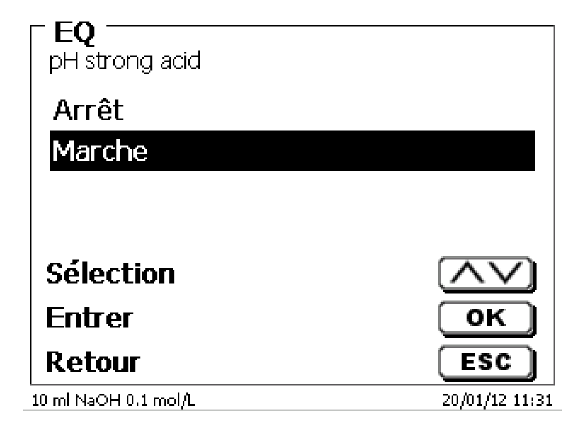


Fig. 98

Si la reconnaissance automatique du point d'équivalence (EQ) est désactivée, le titrage se poursuit jusqu'à la valeur finale prédéterminée en mV ou pH ou valeur maximale en ml. Il est toutefois possible de calculer ensuite le point d'équivalence (EQ) à partir des données de mesure enregistrées.

Si la reconnaissance du point d'équivalence (EQ) est activée, il est possible de fixer la valeur de pente pour le point d'équivalence :

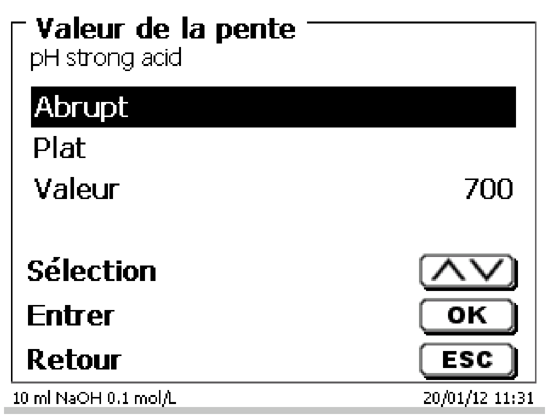


Fig. 99

Le point d'équivalence (EQ) est déterminé à partir du maximum de la 1e dérivée (courbe rouge) des données de mesure. La valeur de pente (dmv/dml) apparaît à l'impression. Elle se trouve à droite à côté de la valeur EQ entre parenthèses.

Le **volume de titrage maximal** devrait toujours être réglé sur des valeurs raisonnables. Il sert également de critère de sécurité afin de ne pas trop titrer, ce qui pourrait entraîner le débordement du récipient de titrage. Le volume de titrage maximal peut être réglé entre 1,000 et 999,999 ml :

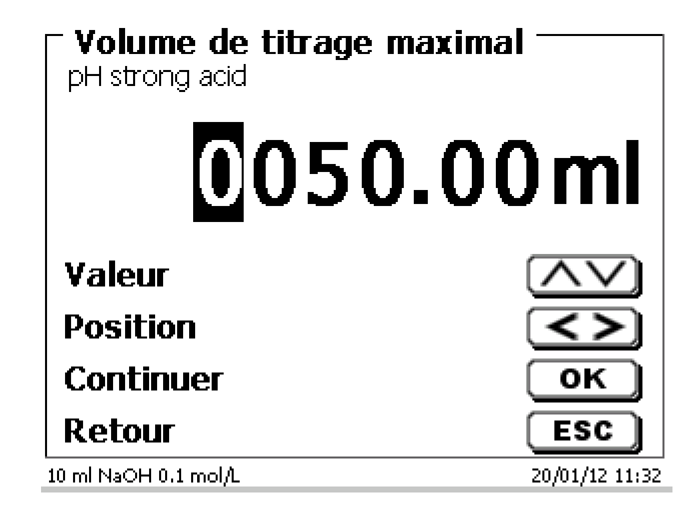


Fig. 100 a

4.6.5 Paramètres de titrage, titrage sur point final et titrage dead stop

Le titrage sur point final présente quelques différences par rapport au titrage linéaire et dynamique au point d'équivalence.

Comme déjà décrit au **chapitre 4.5.2.3**, lors du titrage sur point final, au cours d'une première étape, le dosage est effectué en continu jusqu'à une valeur delta (« **Point final delta »**) de la valeur finale réglée. La vitesse de dosage de cette première étape peut être réglée en % dans le menu **« Paramètres de dosage »**. Entre la valeur delta et la valeur finale, la dérive est contrôlée avec un pas de dosage linéaire jusqu'à la valeur finale et le titrage s'effectue avec un temps d'attente fixe. Lorsque la valeur finale est atteinte, on observe un temps d'attente défini. Si la valeur finale n'est pas atteinte, on ajoute encore un ou plusieurs pas de dosage jusqu'à ce que la valeur finale soit atteinte de manière stable. Le temps d'attente final est appelé **retard de point final**.

Pour un titrage sur point final retenant deux points finaux, les deux points finaux peuvent être réglés avec des valeurs delta et des retards de point final différents:

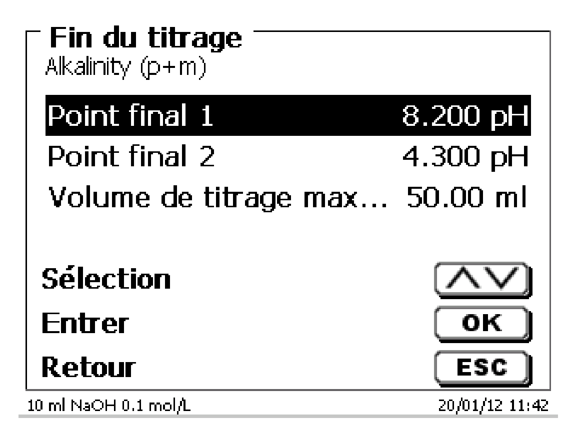


Fig. 100 b

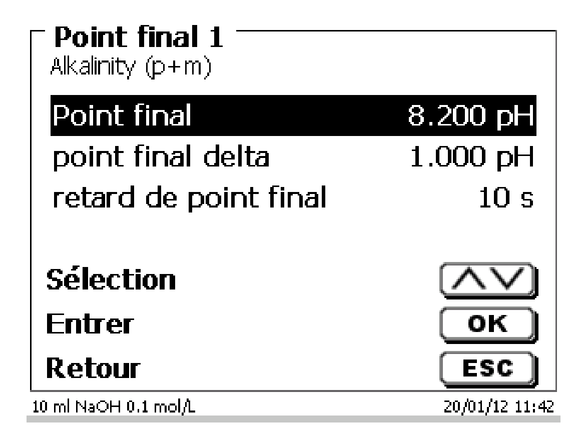


Fig. 100 c

Titrage dead stop et Tension de polarisation

La tension de polarisation en mV peut être réglée uniquement dans le cas du titrage dead stop.

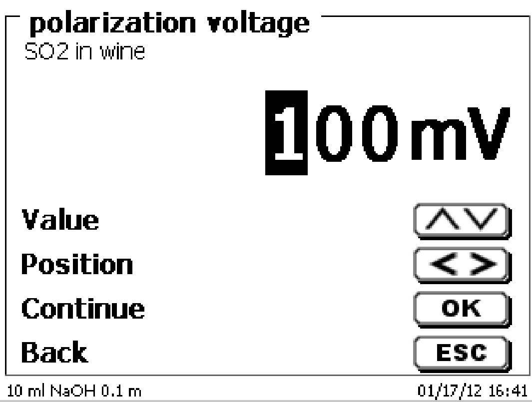


Fig. 100 d

Il est possible de régler les valeurs de 40 à 220 mV. la valeur est réglée par défaut sur 100 mV.

Tension de polarisation basse : insensible
Tension de polarisation élevée : sensible

4.6.6 Paramètres de titrage, titrage pH-Stat (uniquement TitroLine® 7000)

Notes explicatives pour le titrage pH-Stat, voir également la section 4.6.2.4.

Les paramètres de titrage pour le premier palier (palier de titrage) sont décrits avec précision dans le titrage à point final. Les autres réglages pour le titrage pH-Stat sont effectués dans le sous-menu Fin du titrage/Paramètre de mesurage :

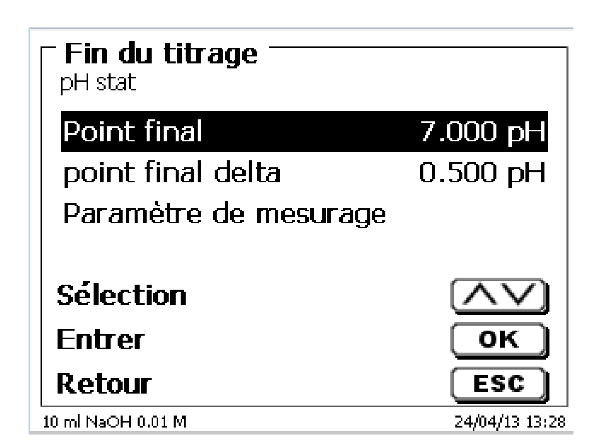


Fig. 100 e

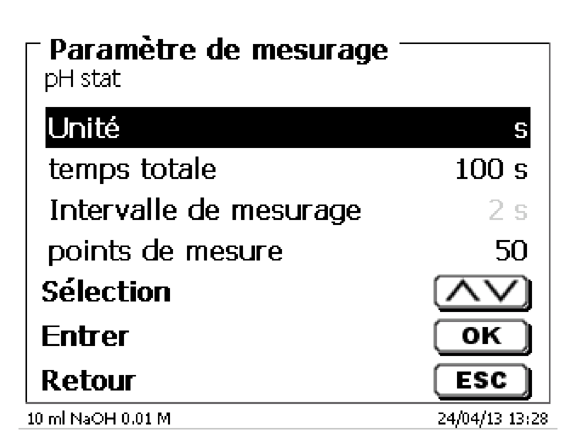


Fig. 100 f

En fonction de l'application et de la durée, l'unité de temps est définie en seconde, minute ou heure.

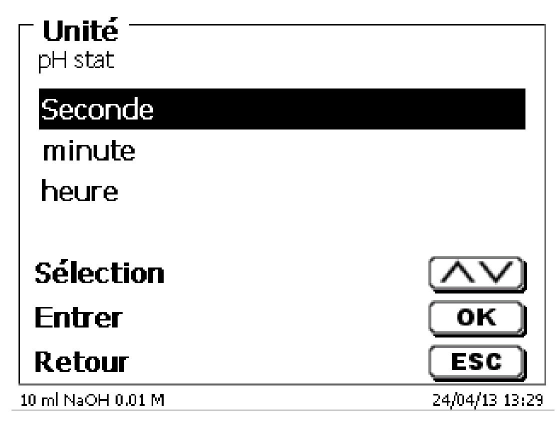


Fig. 100 g

Par exemple, les mesures peuvent être entrées en secondes jusqu'à 2 heures.

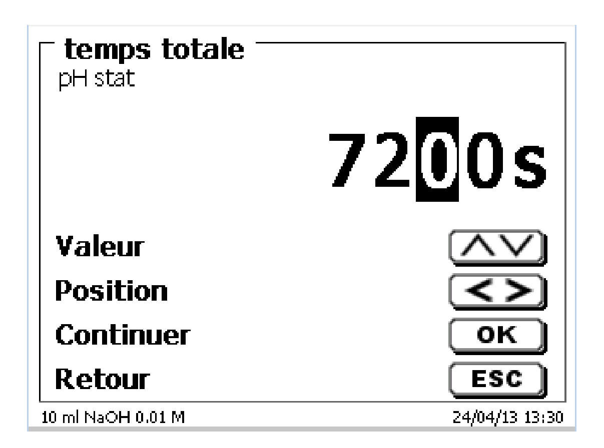


Fig. 100 h

Avec un intervalle de mesurage de 60 secondes, cela représente un total de 120 lectures. Jusqu'à 1000 points de mesure peuvent être enregistrés pour un titrage pH-stat.

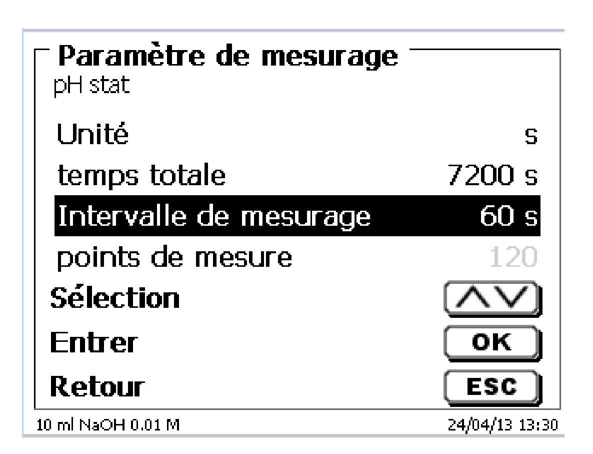


Fig. 100 i

Important : Même si l'intervalle de mesurage est réglé sur 60 secondes ou 5 heures, la valeur de pH est maintenue constante au cours de toute cette période. Le nombre de valeurs mesurées n'a aucune influence sur le réglage du titrage.

Détermination de l'activité enzymatique

L'activité enzymatique est la mesure du nombre de molécules de substrat que catalyse une enzyme par seconde. Les ions H+ générés pendant la réaction sont ainsi titrés à l'aide d'une solution de NaOH. La formule de la pente est alors sélectionnée pour calculer la pente en ml/s:

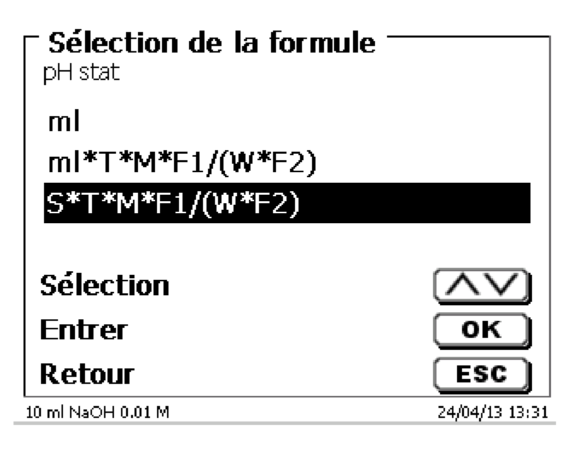


Fig. 100 j

La fenêtre d'évaluation peut servir à calculer la pente en entrant l'heure de départ et la durée (Délai) :

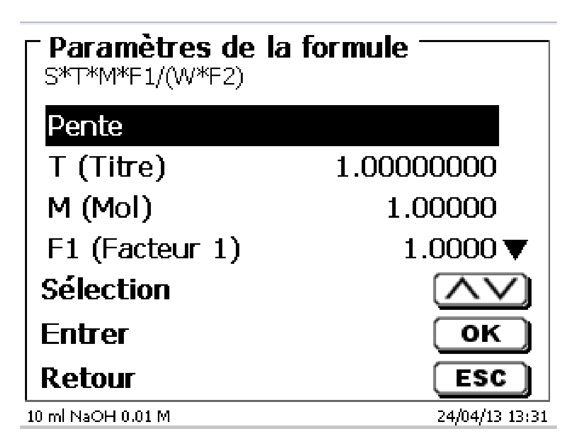


Fig. 100 k

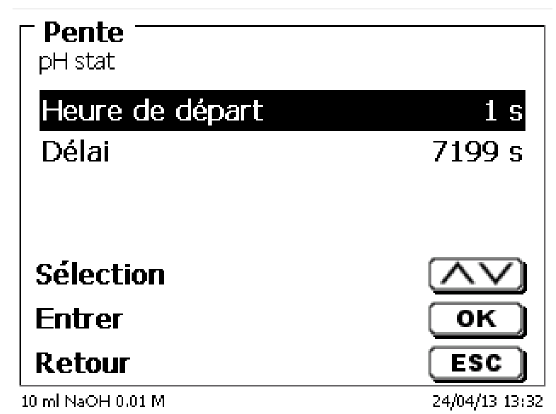


Fig. 100 l

L'heure de départ et le délai sont automatiquement réglés pendant le paramétrage de la durée totale. Il est toutefois possible d'entrer une heure de départ et un délai différents. Cependant, aucun délai > ne peut être entré en tant que temps total. S'il s'avère nécessaire de retarder l'heure de départ, le délai doit également être modifié.

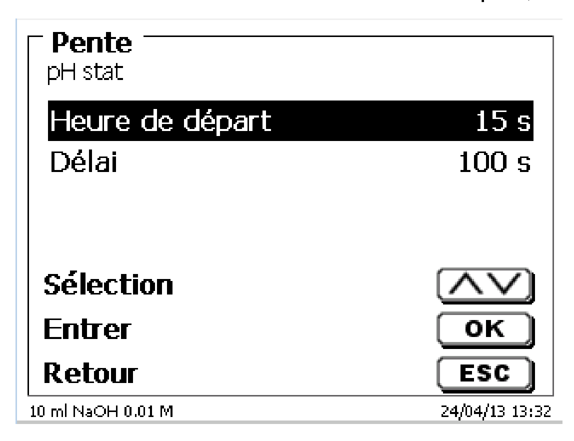


Fig. 100 m

L'heure de départ commence toujours lorsque le pH de consigne est atteint. Si, par exemple, le pH cible est atteint après 25 secondes et l'heure de départ est de 15 secondes, l'évaluation commencera à 40 secondes.

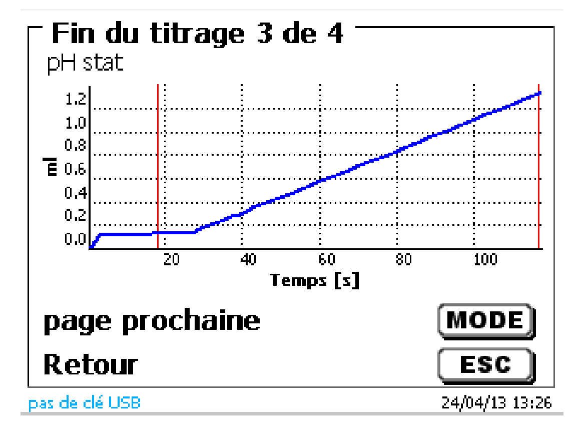


Fig. 100 n

4.6.7 Paramètres de dosage

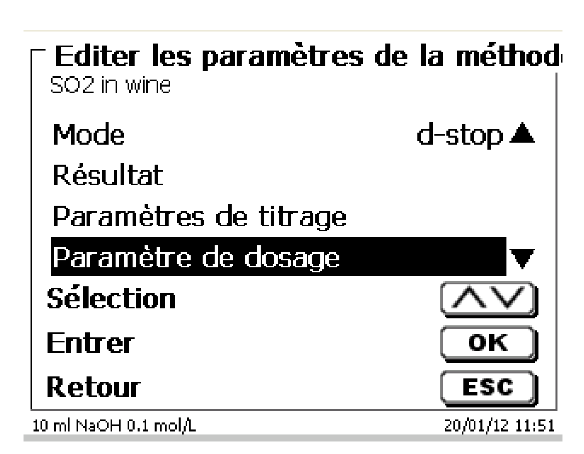


Fig. 101

Les paramètres de dosage (vitesse de dosage, vitesse de remplissage et volume maximum de dosage/titrage) sont fixés pour chacune des différentes méthodes. Ceci vaut pour tous les types de méthodes tels que titrage manuel, dosage et préparation de solutions :

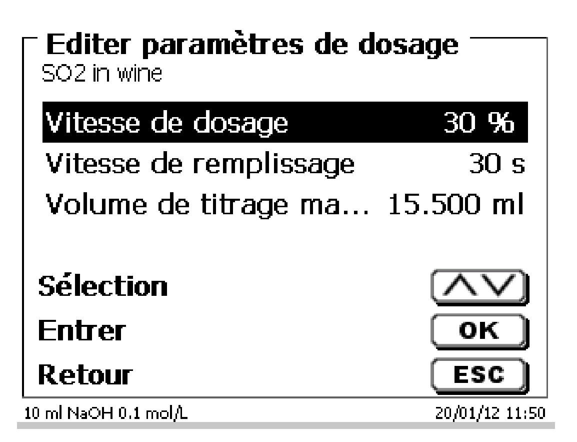


Fig. 102

Selon l'unité interchangeable, il est possible de régler la vitesse de dosage en % de 1 à 100 % :

Unité interchangeable	Vitesse de dosage maximale [ml/min]
WA 05	10
WA 10	20
WA 20	40
WA 50	100

Il est possible de régler la vitesse de remplissage en secondes de 20 à 999 secondes. Au départ usine, elle est réglée sur 30 secondes. Pour les solutions aqueuses diluées, il est possible de régler la vitesse de remplissage sur 20 secondes. Pour les solutions non aqueuses, laisser la vitesse de remplissage réglée sur 30 secondes. Pour les solutions à viscosité élevée telles que l'acide sulfurique concentré, réduire encore la vitesse de remplissage à 40 -60 secondes.

Selon le type de méthode, il est possible de régler le volume de dosage ou volume de titrage (maximal) sur 999,999, voire 9999,999.

Pour le mode de dosage, il est possible de régler les options de remplissage suivantes :

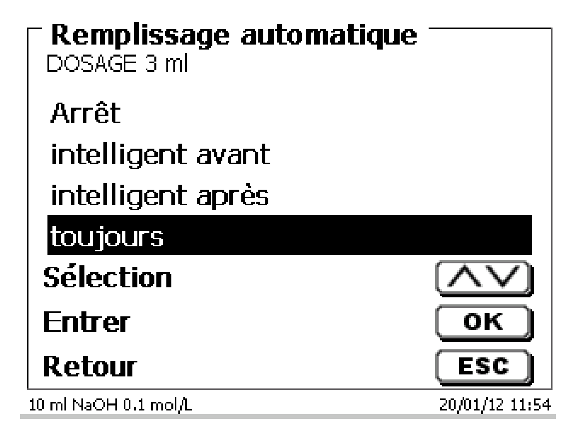


Fig. 102 b

L'option remplissage « Arrêt » signifie que le remplissage ne s'effectue pas automatiquement après chaque pas de dosage.
Dans le cas de l'option remplissage « intelligent avant », le système contrôle toujours avant le pas de dosage suivant si le pas de dosage peut encore être exécuté sans procédure de remplissage. Si ce n'est pas possible, le remplissage est effectué avant l'exécution du pas de dosage.
Dans le cas de l'option remplissage « intelligent après », le système contrôle après chaque pas de dosage si le pas de dosage suivant peut être effectué sans procédure de remplissage.
Dans le cas de l'option remplissage « toujours », le système procède automatiquement au remplissage après chaque pas de dosage.

4.6.8 Désignation de l'échantillon

Pour le titrage manuel et automatique et la préparation de solutions, il est possible d'entrer une désignation d'échantillon. Il est possible de régler la désignation d'échantillon sur manuelle, automatique ou sans :

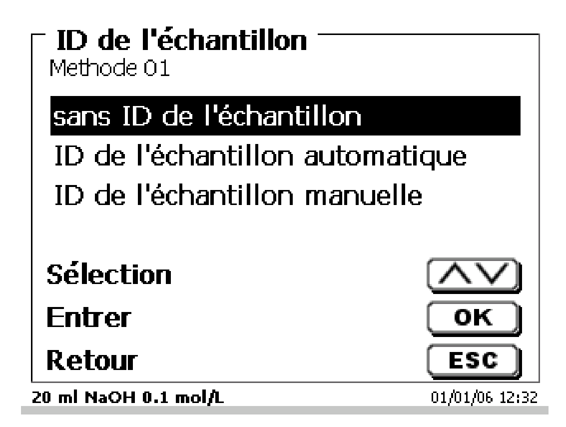


Fig. 103

En cas de désignation d'échantillon manuelle, après le lancement de la méthode, le système demande toujours la désignation d'échantillon (à ce sujet, voir également chapitre 3.6, menu principal). En cas de désignation d'échantillon automatique, fixer une désignation permanente (ici : eau, voir fig. 107) qui sera ensuite automatiquement numérotée en commençant par 01 :

ID de l'échantillon
Methode 01

ID_

position
Continuer OK
Retour ESC

20 ml NaOH 0.1 mol/L 01/01/06 12:33

Fig. 104

Après toute nouvelle mise sous tension, la numérotation recommence par 01.

4.6.9 Documentation

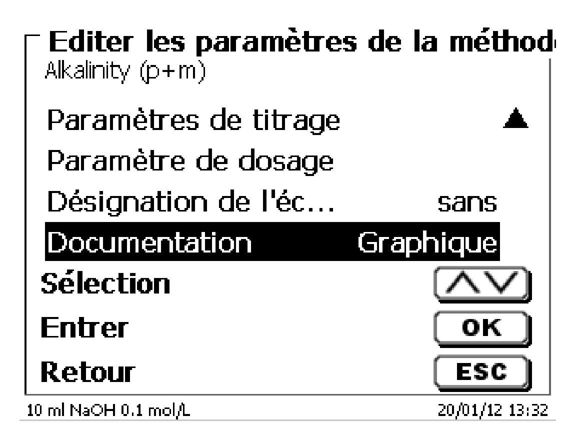


Fig. 105

Sur l'imprimante ou la clé USB, 3 réglages différents sont disponibles pour le format de la documentation : « Abrégé » « Standard avec courbe » et « GLP » (GLP = BPL) :

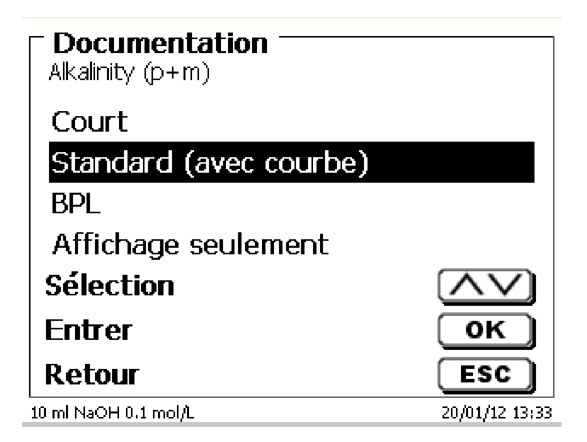


Fig. 106

Type de méthode	**Documentation abrégée**	**Documentation standard**	**Documentation GLP**
Titrage automatique	Nom de méthode, date, heure, durée de titrage, désignation de l'échantillon, quantité pesée/fiole jaugée, valeurs de démarrage et finales (pH/ mV temp), pente et point zéro de l'électrode de pH, résultats et formule de calcul	Comme Documentation abrégée + courbe de titrage	Comme Documentation standard + contenu de la méthode
Titrage manuel	Nom de méthode, date, heure, désignation d'échantillon, quantité pesée/volume d'échantillon, résultats et formule de calcul	Néant	Comme documentation abrégée + contenu de la méthode
Dosage	Nom de méthode, date, heure	Néant	Comme documentation abrégée + contenu de la méthode
Préparation de solutions	Nom de méthode, date, heure, désignation d'échantillon, quantité pesée/volume d'échantillon, résultats et formule de calcul	Néant	Comme documentation abrégée + contenu de la méthode

5 Configuration du système

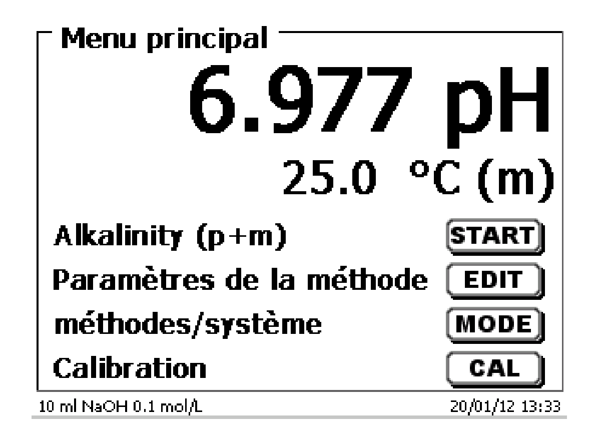


Fig. 107

Pour accéder à la configuration du système à partir du menu principal (fig. 107), actionner <SYS>/<F7> ou activer <MODE> par les touches du clavier frontal, puis <Configuration du système> :

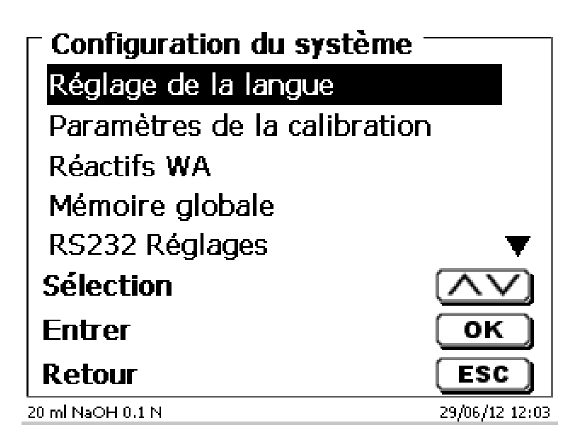


Fig. 108

Le réglage de la langue du pays a déjà été décrit au **chapitre 2.5**.

5.1 Réglages de calibration

Les réglages de calibration permettent de sélectionner le tampon pour la calibration de l’électrode de pH et de régler la température de la solution tampon. Le réglage de la température est nécessaire uniquement lorsque ne sont raccordés ni thermomètre à résistance (Pt 1000) ni électrode de pH à sonde de température intégrée.

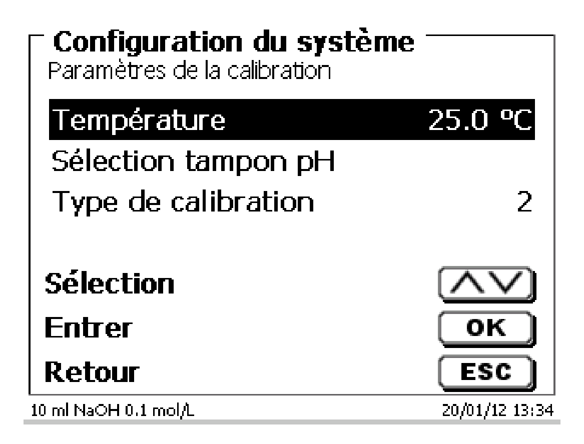


Fig. 109

La température peut être réglée de 0,0 à 100,0 °C par pas de 0,1:

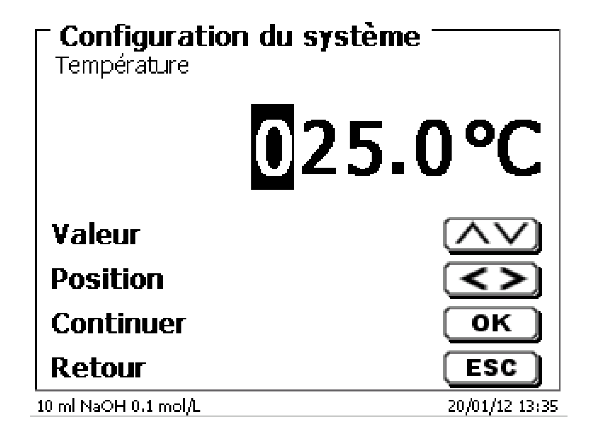


Fig. 110

Le type de calibration permet de déterminer si la calibration effectuée doit être une calibration à 2 points ou à 3 points :

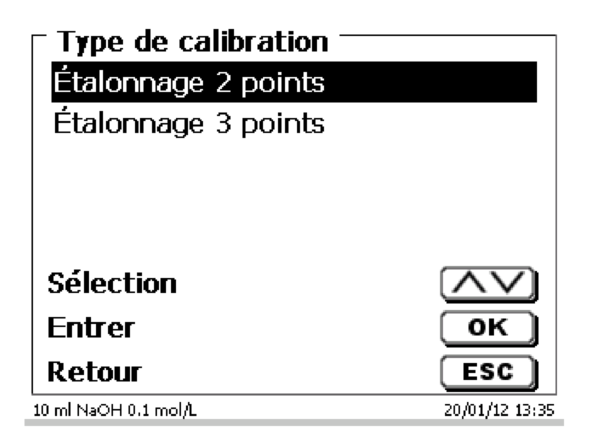


Fig. 111

Les tampons pH pour les tampons 1 – 3 peuvent être déterminés séparément.

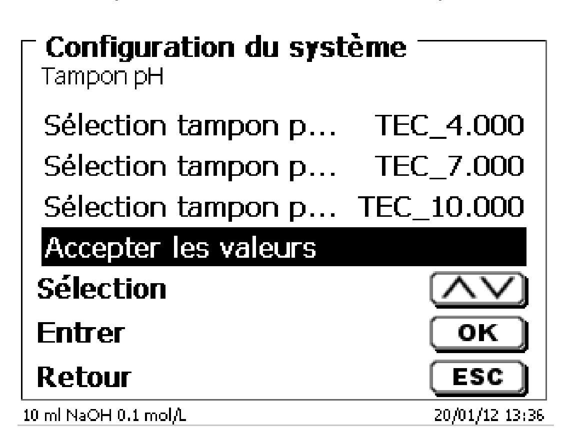


Fig. 112

Une liste de tampons techniques et de tampons dits DIN/NIST s'affiche :

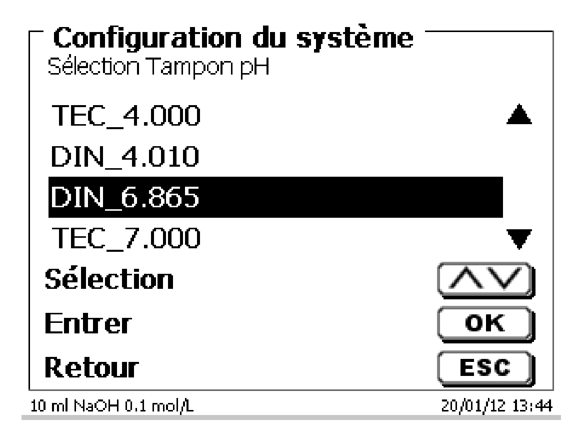


Fig. 113

Après détermination des tampons pour les tampons 1 – 3, confirmer la sélection avec <Reprendre les valeurs >. Si l'écart est trop faible entre 2 valeurs de tampon (p.ex. tampon 1 « 6,87 » et tampon 2 « 7,00 »), un message d'erreur s'affiche :



Fig. 114

5.2 Unité interchangeable réactifs

Chaque unité interchangeable contient un transpondeur RFID. Les informations suivantes peuvent être émerisées dans ce transpondeur :

- Taille de l'unité (prédéterminée, non modifiable)
- Code d'identification de l'unité (prédéterminé, non modifiable)
- Nom du réactif (default : caractères d'espacement)
- Concentration (default : 1 000 000)
- Concentration déterminée le : (date)
- Date de préemption : (date)
- Ouvert/préparé le : (date)
- Contrôle selon ISO 8655 : (date)
- Désignation du lot : (default : no charge)
- Dernière modification (date)

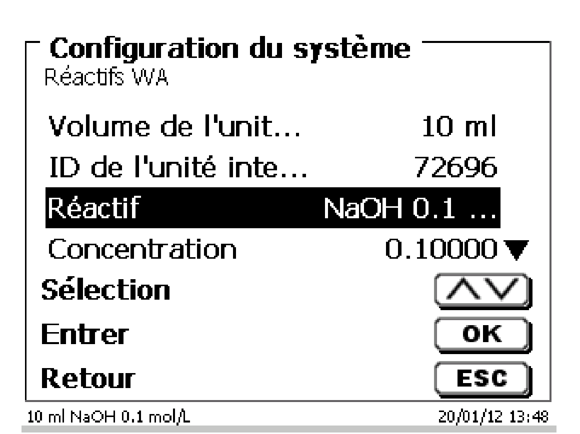


Fig. 115

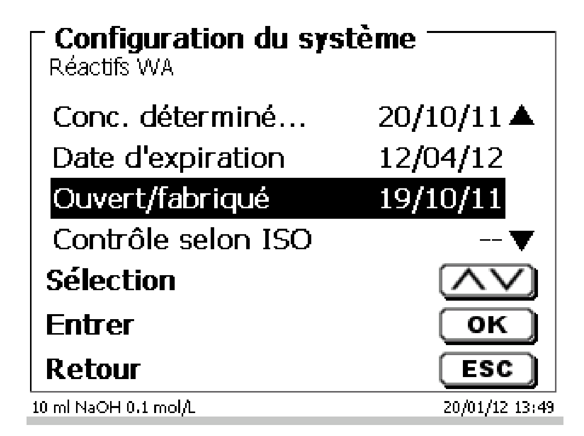


Fig. 116

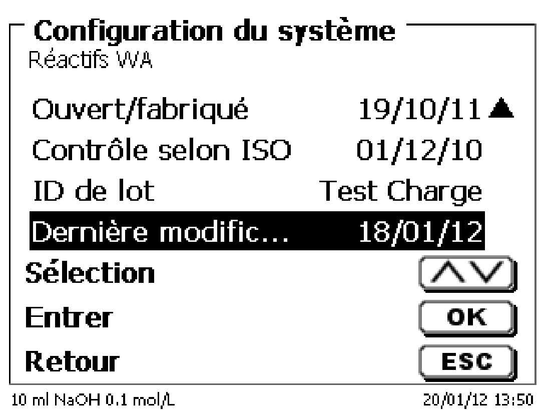


Fig. 117

Lorsque l'on quitte le menu <Unité interchangeable réactifs > avec <ESC>, le système demande toujours si l'on désire reprendre les valeurs.

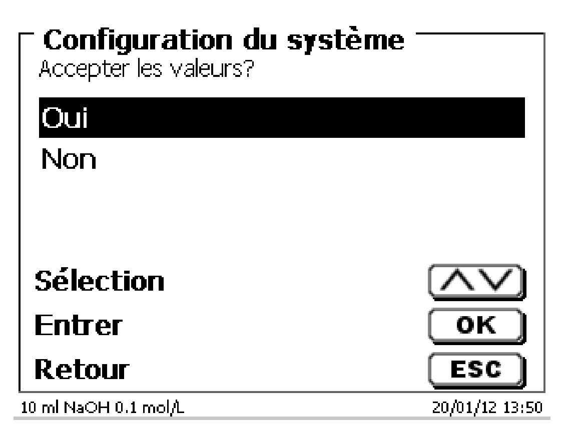


Fig. 118

Si la réponse est <Oui>, les valeurs actualisées sont inscrites dans le transpondeur RFID de l'unité interchangeable.

5.3 Réglages RS232

Dans le menu <Réglages RS232>, il est possible de déterminer l'adresse de l'appareil de la TITRONIC® 500 et de régler séparément les paramètres des deux interfaces RS232 :

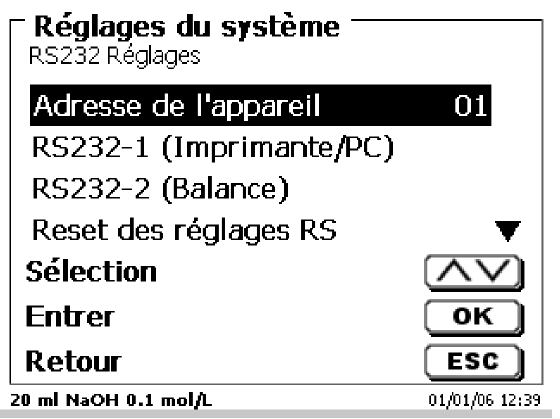


Fig. 119

L'adresse de l'appareil peut être réglée sur 0 à 15. L'adresse 1 est préréglée :

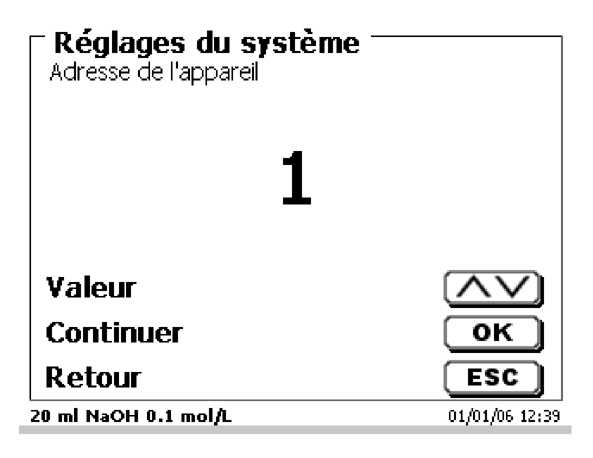


Fig. 120

Le débit en bauds est préréglé sur 480. Il peut être réglé de 1200 à 19200 :

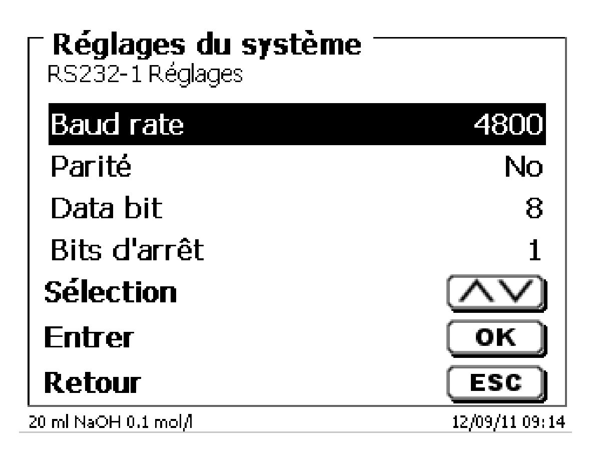


Fig. 121

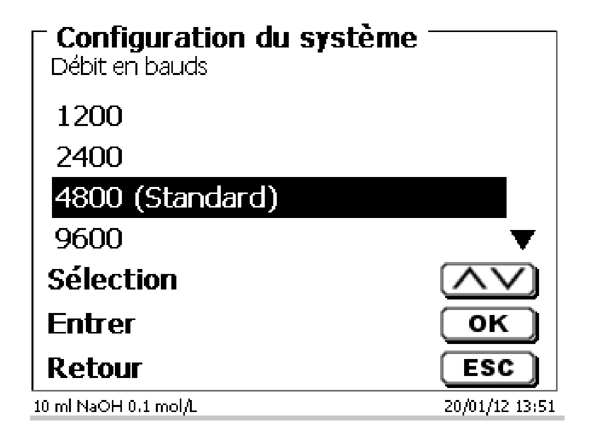


Fig. 122

La parité peut être réglée sur <No> (sans), <Even> (paire) et <Odd> (impaire). Elle est préréglée sur <No> :

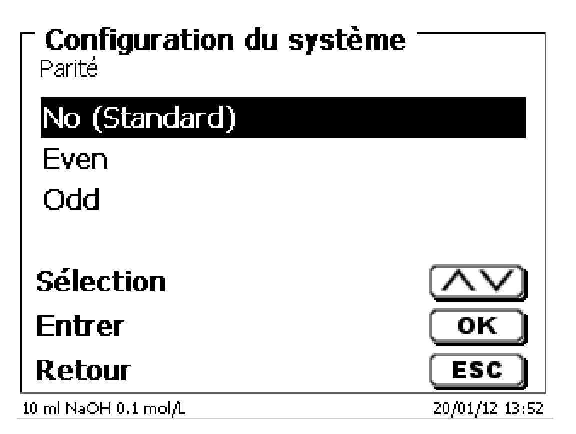


Fig. 123

Les bits de données peuvent être réglés entre 7 et 8 bits. Ils sont préréglés sur 8 bits:

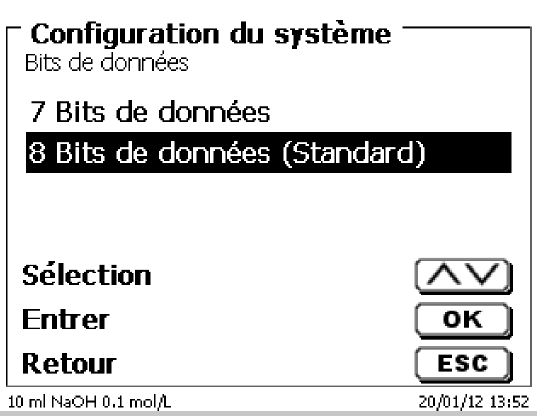


Fig. 124

Il est possible de rétablir le réglage usine des paramètre des interfaces RS232 en sélectionnant <Réinitialisation des paramètres RS>.

5.4 Date et heure

Au départ de l'usine, l'heure est réglée sur l'heure de l'Europe centrale. Si besoin, le réglage peut être modifié:

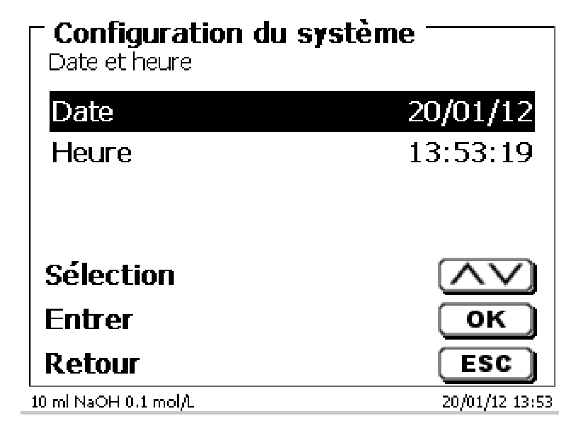


Fig. 125

5.5 Mot de passe

La fonction 'Mot de passe' n'est actuellement pas encore validée. Veuillez demander un update à votre revendeur.

5.6 RESET

La fonction RESET (remise à zéro) permet de rétablir tous les réglages usine.

Attention : Cette fonction efface aussi toutes les méthodes. Auparavant, veuillez sortir les méthodes sur imprimante **ou les exporter/copier sur un support de mémoire USB raccordé (possible avec update ultérieur !)**

Il faut actionner la touche RESET encore une fois de plus :

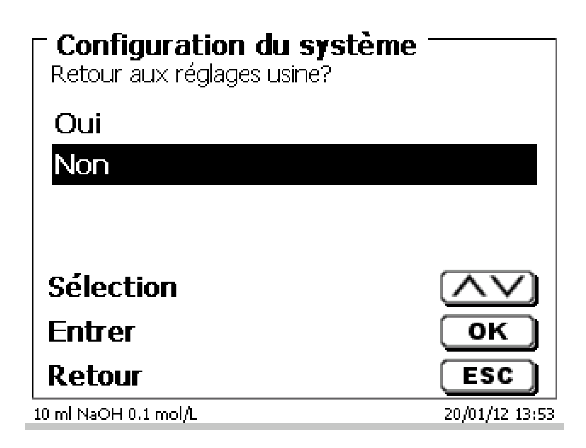


Fig. 126

5.7 Imprimante

Pour le raccordement d'imprimantes, veuillez vous reporter au chapitre 7.3.

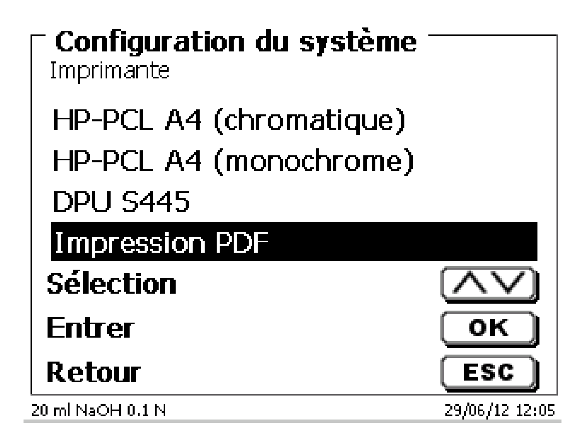


Fig. 127

5.8 Informations sur l'appareil

Les <Informations sur l'appareil> contiennent les informations suivantes :

- Version logiciel actuelle
- Numéro de série de l'appareil
- Pilote d'imprimante et version mise à jour
- Adresse d'appareil réglée
- Version actualisée
- Nombre de mesures (démarrages d'une méthode)
- Nombre des levées/processus de remplissage

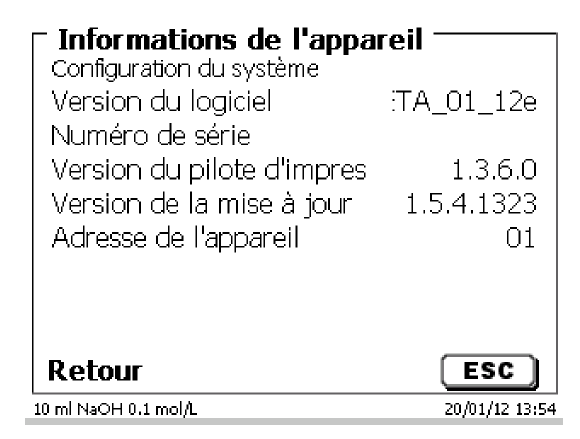


Fig. 128

5.9 Tonalités du système

Ici, il est possible de régler le volume sonore des sons du système et du clavier frontal de l'appareil. Le système émet des sons p.ex. à la fin d'un titrage ou lors d'une erreur de service. Les touches du clavier frontal produisent un clic lorsqu'une touche a été actionnée avec succès :

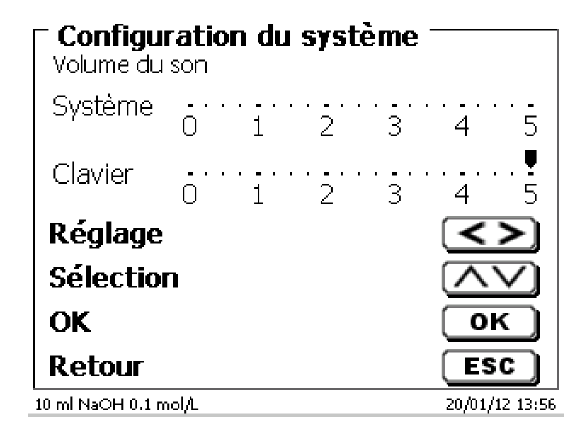


Fig. 129

Remarque : L'actionnement du clavier externe ne produit aucun son.

5.10 Mise à jour du logiciel

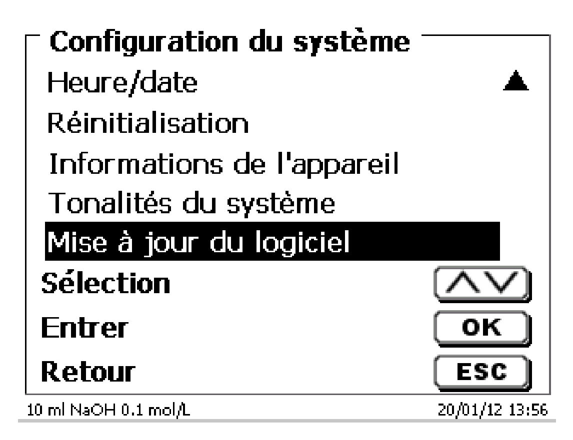
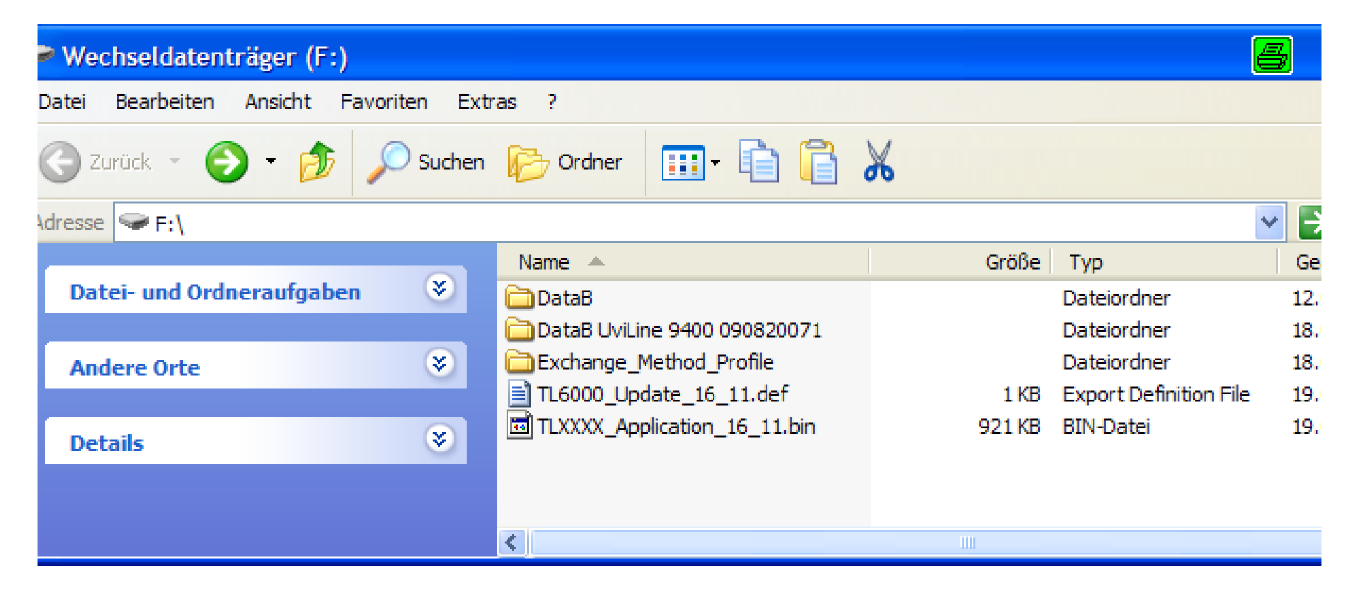


Fig. 130

Mise à jour du logiciel de l'appareil requiert une clé USB sur laquelle est enregistrée la nouvelle version. Les deux fichiers nécessaires doivent se trouver dans le répertoire root de la clé USB :



Connecter la clé USB sur un port USB A inoccupé, attendre quelques secondes, puis sélectionner la fonction <mise à jour du logiciel>. Les mise à jour de logiciel valables s'affichent à l'écran. Dans ce cas, il s'agit de la version « 16-11 » du 19/04/2011.

.



Fig. 131

L'affichage suivant apparaît seulement après le lancement de mise à jour avec <OK/ENTER> :

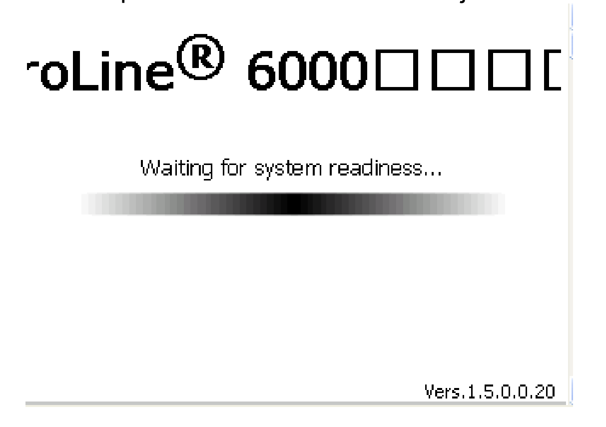


Fig. 132

Puis il commute quelques secondes après sur l'affichage suivant :

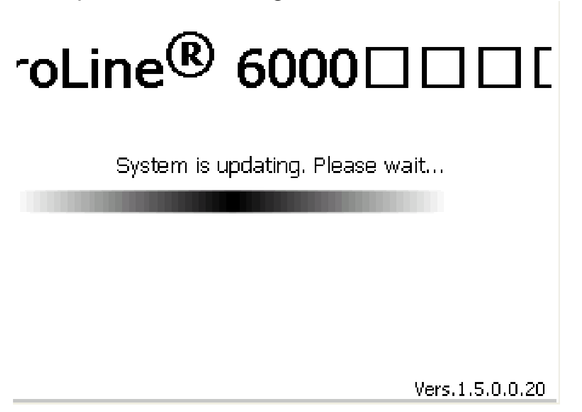


Fig. 133

Après mise à jour (env. 2-3 minutes), l'appareil arrête complètement le logiciel et démarre à nouveau.

Important : Lors de mise à jour, les méthodes ne sont pas effacées ! Ensuite, elles peuvent être utilisées à comme auparavant.
Si aucun fichier mise à jour valable ne se trouve sur la clé USB, le message suivant s'affiche :

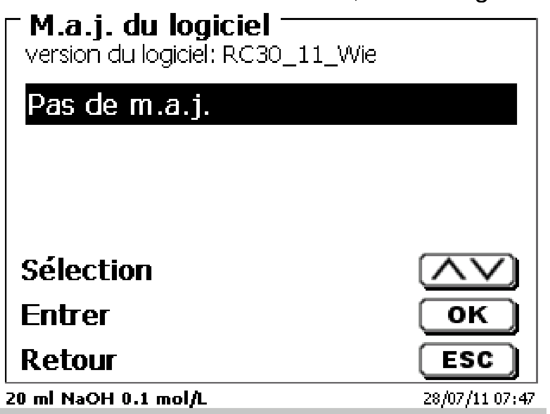


Fig. 134

6 Communication de données via l’interface RS 232 et USB-B

6.1 Généralités

Le TitroLine® 6000/7000 est dotée de deux interfaces sérielles RS 232 C pour la communication de données avec d’autres appareils. Ces deux interfaces permettent de faire fonctionner plusieurs appareils sur une interface de PC.

De plus, au lieu de l’interface RS232-1, le TitroLine® 6000/7000 est également dotée d’une interface USB B pouvant être utilisée exclusivement pour le raccordement à un PC.

L’interface RS-232-C- 1 assure la liaison avec un ordinateur raccordé ou avec l’appareil précédent de la « Daisy Chain ». L’interface RS-232-C- 2 permet le raccordement d’autres appareils (concept « Daisy Chain »).

Occupation des broches des interfaces RS-232-C :

N° de broche	**Signification / Description**
1	T x D sortie de données
2	R x D entrée de données
3	Masse numérique

6.2 Connexion en chaîne de plusieurs appareils— Concept « Daisy Chain »

Pour pouvoir solliciter individuellement plusieurs appareils en chaîne, chaque appareil doit posséder sa propre adresse d’appareil. A cet effet, commencer par établir une liaison entre l’ordinateur et l’interface RS 232 C 1 du premier appareil de la chaîne, avec un câble de données RS 232 C, p.ex. type n° TZ 3097. Avec un autre câble de données RS 232 C, type n° TZ 3094, relier l’interface RS 232 C 2 du premier appareil avec l’interface RS 232 C 1 du deuxième appareil. L’interface 2 du deuxième appareil permet le raccordement d’un appareil supplémentaire. De manière alternative, il est également possible de raccorder le TitroLine® 6000/7000 à l’interface USB d’un ordinateur au moyen d’un câble USB TZ 3840 (type A (M) --- USB Type B (M), 1,8 m). A cet effet, procéder à l’installation (opération unique) d’un driver de logiciel sur l’ordinateur. Ainsi, l’interface USB B assume la fonction de l’interface RS232 1. En ce qui concerne le driver de logiciel, veuillez vous mettre en contact avec la société SI Analytics.

L’adresse est toujours composée de deux signes : p.ex. l’adresse 1 est composée des deux signes ASCII <0> et <1>. Il est possible de régler les adresses de **00** à **15**, ce qui représente 16 possibilités au total. Veiller à ce que les appareils en chaîne possèdent des adresses différentes. Si un appareil est sollicité à son adresse, l’appareil exécute cet ordre sans l’envoyer à un autre appareil. La réponse envoyée à l’ordinateur est également munie de la propre adresse de l’appareil. Les adresses sont réglées comme décrit au 🕮 **chap. 5.2**.

Le TitroLine® 6000/7000 reçoit les ordres d’un ordinateur sur l’interface **1** (ou interface USB B), à condition que ceux-ci soient munis de son adresse, et envoie sa réponse également via cette interface. Si l’adresse de l’ordre entrant ne correspond pas à son adresse d’appareil, l’ordre complet est redirigé sur l’interface **2**. Cette interface 2 est reliée avec l’interface 1 d’un autre appareil. Cet appareil contrôle l’adresse à son tour et réagit à cet ordre comme le première TitroLine® 6000/7000.

Toutes les informations (chaînes de données circonférentielles) arrivant à l’interface 2 de le TitroLine® 6000/7000 sont immédiatement sorties sur l’ordinateur via l’interface 1 (ou l’interface USB B). Ainsi, l’ordinateur reçoit toujours les informations de tous les appareils. En pratique, il est possible de raccorder jusqu’à 16 appareils sur une interface d’ordinateur.

6.3 Liste d’ordres pour la communication RS

Les ordres sont constitués de trois parties :

adresse	à 2 caractères aa,	p.ex. : 01
ordre		p.ex. : DA
variable, si nécessaire		p.ex. : 14
et fin de l’ordre		<CR> <LF>

Chaque ordre doit se terminer par les signes ASCII <CR> et <LF> (Carriage Return et Line Feed). Toutes les réponses sont renvoyées à l’ordinateur seulement après achèvement de l’action correspondante.

Exemple : L’ordre de doser 12,5 ml doit être envoyé à une TITRONIC® 500 dotée de l’adresse 2.

L’ordre se compose des signes suivants : 02DA12.5<CR LF>

Avec :	02	=	adresse de l’appareil
	DA	=	ordre de dosage sans remplissage et mise à zéro de l’affichage
	12.5	=	volume à doser en ml
	<CR> <LF>	=	suffixe de fin de l’ordre

Ordre	Description	Réponse
aaAA	Affectation automatique de l’adresse de l’appareil	aaY
aaMC1...XX	Sélection d’une méthode	aaY
aaBF	« Remplir la burette ». L’unité interchangeable est remplie.	aaY
aaBV	Sortir le volume dosé en ml	aa0.200
aaDA	Doser le volume sans remplissage, avec addition du volume	aaY
aaDB	Doser le volume sans remplissage, mise à zéro du volume	aaY
aaDO	Doser le volume sans remplissage, sans addition du volume	aaY
aaGDM	Vitesse de dosage en ml/min	aaY
aaGF	Temps de remplissage en secondes (minimum 20, défaut 30)	aaY
aaES	Fonction « ESC » un pas en arrière	aaY
aaEX	Fonction « EXIT » retour au menu principal	aaY
aaGDM	Vitesse de dosage en ml/min (0.01 – 100 ml/min)	aaY
aaFD	Fonction de mesure µA « dead stop »	aaY
aaFP	Fonction de mesure du pH	aaY
aaFT	Fonction de mesure de la température	aaY
aaFV	Fonction de mesure en mV	aaY
aaGF	Temps de remplissage en secondes (réglable de 20 à 999 s)	aaY
aaGS	Sortie du numéro de série de l’appareil	aaGS08154711
aaLC	Sortie des paramètres CAL	
aaLD	Sortie des données de mesure	aaY
aaLR	Sortie rapport (rapport abrégé)	aaY
aaGF	Temps de remplissage en secondes (réglable de 20 à 999 secondes)	aaY
aaGS	Sortie du numéro de série de l’appareil	aaGS08154711
aaLR	Sortie du rapport (rapport abrégé)	aaY
aaM	Sortie de la valeur de mesure préréglée (pH/mV/ug)	aaM7.000
aaLI	Sortie du contenu de la méthode	
aaLO	Sortie de la documentation (comme réglé)	
aaRH	Demande d’identification	aaIdent:TL500
aaRC	Envoyer dernier ordre	aa“dernier ordre“
aaRS	Rapport état Les réponses possibles sont : „STATUS:READY“ pour prêt „STATUS:dosing“ pour dosage „STATUS:filling“ pour remplissage de la burette „ERROR:busy“ quand aucune unité interchangeable n’a été montée.	aaétat:*“texte”*
aaSM	Marche méthode sélectionnée	aaY
aaSEEPROM	Rétablir le réglage usine de l’EEPROM	aaY
aaSR	Arrêt de la fonction en cours	aaY
aaSYS5	Régler la langue d’affichage sur allemand -deutsch-	aaY
aaSYS1	Régler la langue d’affichage sur anglais -english-	aaY
aaSYS2	Régler la langue d’affichage sur français	aaY
aaSYS3	Régler la langue d’affichage sur espagnol -español-	aaY
aaVE	Numéro de version du logiciel	aaVersion:

7 Raccordement de balances d’analyse et d’imprimantes

7.1 Raccordement de balances d’analyse

Les échantillons étant très fréquemment pesés sur une balance d’analyse, il est rationnel de raccorder cette balance à le TitroLine® 6000/7000. Pour pouvoir raccorder la balance à l’interface RS232 (2) de le TitroLine® 6000/7000 la balance doit posséder une interface RS 232 C et il faut disposer d’un câble de raccordement de configuration correspondante. Pour les types de balance suivants, il existe des câbles de raccordement déjà confectionnés :

Balance	**Numéro TZ**
Sartorius (tous types), en partie Kern, Denver	TZ 3092
Mettler, AB-S, AG, PG	TZ 3099
Precisa Série XT	TZ 3183
Kern avec RS232 à 9 pôles	TZ 3180

Pour les autres types de balance, nous pouvons confectionner des câbles de raccordement sur demande. A cet effet, nous avons besoin d’informations précises sur l’interface RS 232 C de la balance utilisée.

Le câble de raccordement est branché sur l’interface RS 232 C 2 de le TitroLine® 6000/7000. Cette extrémité du câble de raccordement est toujours constituée d’un mini-connecteur à 4 pôles. L’autre extrémité du câble peut être constituée, selon le type de balance, par un connecteur à 25 pôles (Sartorius), un connecteur à 9 pôles (Mettler AB-S) ou un connecteur spécial à 15 pôles (Mettler AT), etc.

Afin que les données de la balance puissent être envoyées à le TitroLine® 6000/7000, il faut que les paramètres de transmission des données de le TitroLine® 6000/7000 coïncident avec celles de la balance. Il faut également effectuer encore quelques autres réglages de base sur les balances :

- La balance ne doit envoyer les données de balance via RS 232 C que sur un ordre d’impression
- La balance ne doit envoyer les données de balance qu’après immobilisation de l’affichage
- La balance ne doit jamais être réglée sur « send continuous », « automatic sending » ou « envoi en continu ».
- Le « Handshake » de la balance doit être réglé sur « arrêt », « off », éventuellement aussi sur « Software Handshake » ou « Pause ».
- Dans la chaîne de données circonférentielle, les données de balance ne doivent pas être précédées de signes spéciaux tels que **S** ou **St**. Sinon, il se pourrait que les données de balance ne puissent pas être correctement traitées par le TitroLine® 6000/7000.

Après raccordement de la balance au TitroLine® 6000/7000 avec le câble approprié et adaptation de tous les réglages dans le logiciel de la balance et, éventuellement, du TitroLine ® 6000/7000, le contrôle de la transmission des données de balance s’avère très simple. Lancer une méthode. Confirmer la désignation de l’échantillon. A l’écran s’affichent les messages suivants :

a) « Pas de données de balance présentes. Attendre la quantité pesée automatique ».
→ Paramètre sur « quantité pesée automatique »

b) « Entrer la quantité pesée » → dans ce cas, les paramètres sont encore réglés sur « quantité pesée manuelle »

Poser un objet sur la balance et appuyer sur la touche d’impression (Print). Après immobilisation de l’affichage sur la balance, un bip sonore est émis par le titreur et

a) l’affichage commute ensuite automatiquement sur l’affichage de mesure/dosage.

b) la quantité pesée doit être entrée manuellement et confirmée avec <Enter><OK>.

7.2 Editeur de balance

Une pression sur la touche de fonction **<F5/Symbole de balance>** permet d'appeler l'éditeur dit de données de balance. Une liste contenant les données de balance existantes s'affiche :

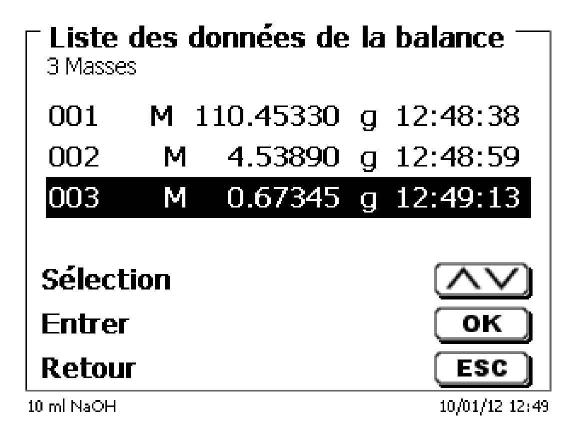


Fig. 135

Il est possible d'éditer séparément les données de balance. Après une modification, une croix s'affiche devant la quantité pesée :

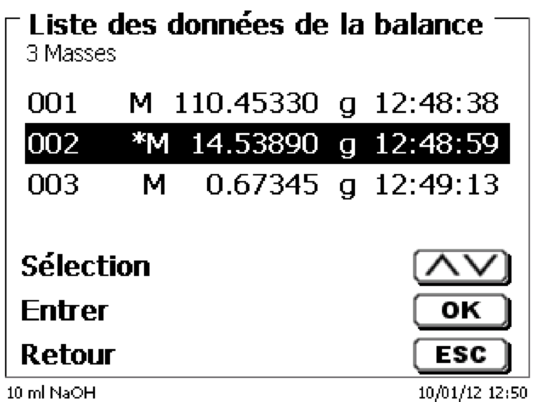


Fig. 136

Il est possible d'effacer et d'ajouter des quantités pesées séparées. Il est également possible d'effacer toutes les quantités pesées d'un seul coup :

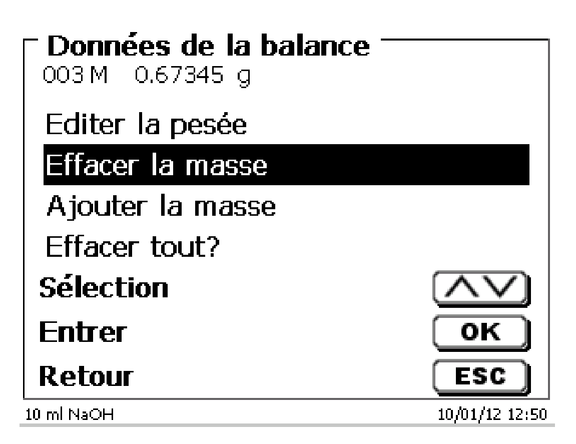


Fig. 137

En l'absence de données de balance, le message « Pas de données de balance » s'affiche :

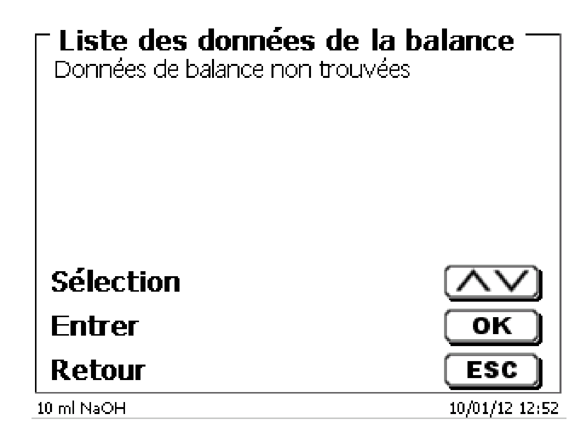


Fig. 138

7.3 Imprimante

Il est possible d'imprimer les résultats, les données de calibration et les méthodes sur les supports suivants :

- Imprimante compatible HP PCL (A4) monochrome et chromatique
- Seiko DPU S445 (papier thermique 112 mm de largeur)
- Clé USB en format PDF – et CSV

Pour raccorder l'imprimante, utiliser les connexions USB de l'appareil.
Lors de la sortie sur imprimante, il faut tenir compte de l'imprimante raccordée. ainsi, par exemple, il n'est pas possible d'imprimer des mises en pages d'une imprimante HP sur une imprimante de caisse ou inversement.
Aussi faut-il contrôler et si besoin adapter les réglages imprimante de l'appareil lors des changements d'imprimante.

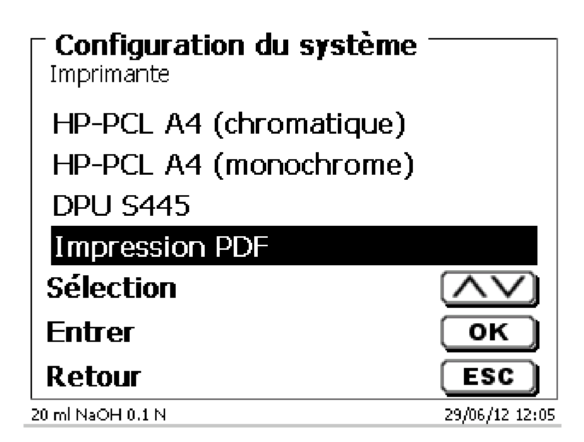


Fig. 139

Le pré-réglage est sur PDF. Si l'option « Impression PDF » est sélectionnée, une clé USB doit être raccordée à l'appareil.

7.4 Raccordement du changeur d'échantillon (uniquement TitroLine® 7000)

7.4.1 Raccordement du changeur d'échantillon TW alpha plus

Le changeur d'échantillon TW alpha plus se raccorde à l'interface RS232-2 (RS2) du titrateur avec le câble **TZ 3087**. Les réglages de l'interface RS232-2 doivent alors être modifiés en 4800, No, 7, 2 :

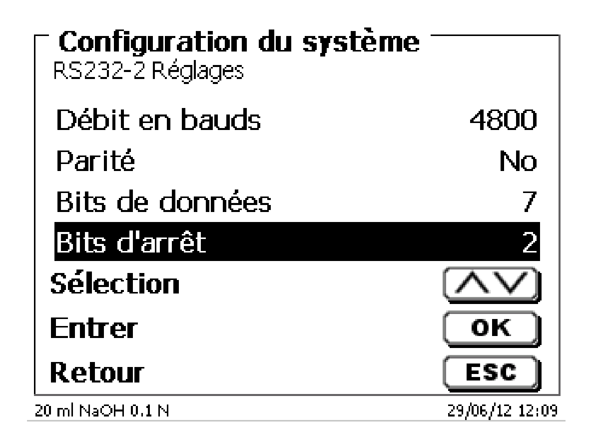


Fig. 140

Les réglages de l'interface RS232-1 (4800, No, 8, 1) restent inchangés.

7.4.2 Raccordement du changeur d'échantillon TW 7400

Le changeur d'échantillon TW 7400 plus se raccorde à l'interface RS232-2 (RS2) du titrateur avec le câble **TZ 3987**. Les réglages de l'interface RS232-2 ne demandent pas à être modifiés. Il est possible de conserver le réglage 4800, No, 8, 1.

7.5 Utilisation du logiciel TitriSoft (uniquement TitroLine® 7000)

7.5.1 Généralités

Le titrateur se raccorde au PC par l'interface RS232-1 ou l'interface USB-B (seulement avec release). Pour le raccordement via l'interface RS232-1, il est possible d'utiliser les câbles TZ 3097 et TZ 3091.

7.5.2 TitriSoft 3.0

Pour l'utilisation du nouveau logiciel TitriSoft 3.0, il est possible de conserver les réglages usine de l'interface RS232-1. Le logiciel TitriSoft 3.0 permet la lecture et l'écriture des unités interchangeables intelligentes et des électrodes ID. Pour plus de détails, veuillez vous reporter au mode d'emploi du logiciel TitriSoft 3.0.

7.5.3 TitriSoft 2.75

Lors de l'utilisation du logiciel TitriSoft 2.75, pour des raisons de compatibilité, il faut modifier les réglages de l'interface RS232-1 et la régler sur 4800, No, 7, 1.

Remarque :
Avec le logiciel Titrisoft 2.75, il n'est pas possible d'échanger des données entre les unités interchangeables et les électrodes ID !

8 Maintenance et entretien de le titrateur TitroLine® 6000/7000

Pour conserver sa capacité de fonctionnement au titratuer il faut qu'elle soit l'objet de contrôles et de travaux de maintenance réguliers.

La justesse du volume et la capacité de fonctionnement de sysème de titration sont soumises à la condition de contrôles réguliers.

La justesse du volume est déterminée par toutes les pièces conduisant les produits chimiques (piston, cylindre, vanne, pointe de titrage et tuyaux). Ces pièces sont soumises à une certaine usure et sont donc des pièces d'usure. Le piston et le cylindre sont particulièrement sollicités et exigent donc une attention particulière.

Forte sollicitation :

Utilisation, par exemple, de solutions, réactifs et produits chimiques concentrés (> 0,5 mol/L) ; produits chimiques attaquant le verre tels que les fluorures, phosphates, solutions alcalines ; solutions ayant tendance à former des cristaux ; solutions de chlorure de fer (III) ; solutions oxydantes et corrosives telles que l'iode, le permanganate de potassium, Cer(III), produits de titrage Karl Fischer, HCl ; solutions à viscosité > 5 mm^2/s ; utilisation fréquente, quotidienne.

Sollicitation normale :
Utilisation, par exemple, de solutions, de réactifs et de produits chimiques n'attaquant pas le verre, ne formant pas de cristaux et non corrosifs (jusqu'à 0,5 mol/L).

Pauses dans l'utilisation :
Si le système de dosage n'est pas utilisé pendant plus de quinze jours. nous recommandons de vider et de nettoyer le cylindre en verre et tous les tuyaux [6]. Ceci vaut en particulier en cas de conditions d'utilisation mentionnées sous « Forte sollicitation ». Sinon, le piston et la vanne risquent de perdre leur étanchéité et cela porterait préjudice à l'état de la burette à piston.
Si du liquide reste dans le système, il faut également s'attendre à des phénomènes de corrosion et à des modifications des solutions avec le temps, p. ex. également à la formation de cristaux. Etant donné que, selon l'état actuel de la technique, il n'existe pas pour l'utilisation sur les appareils de titrage de tuyaux en matière plastique totalement exempts de phénomènes de diffusion, cette précaution s'applique tout particulièrement à la zone des tuyaux

Nous recommandons les contrôles et travaux de maintenance suivants	Forte sollicitation	Sollicitation normale
Simple nettoyage : ☐ Essuyage extérieur des éclaboussures de produits chimiques [1]	En cours d'utilisation, si nécessaire	En cours d'utilisation, si nécessaire
Contrôle visuel : ☐ Contrôle des fuites dans la zone du système de dosage ? [2] ☐ Le piston est-il étanche ? [3] ☐ La vanne est-elle étanche ? [4] ☐ La pointe de titrage est-elle libre ? [5]	Chaque semaine, lors de la remise en service	Chaque mois, lors de la remise en service
Nettoyage à fond du système de dosage : ☐ Nettoyer toutes les pièces du système de dosage une par une. [6]	Tous les trois mois	Si nécessaire
Contrôle technique : ☐ Présence de bulles d'air dans le système de dosage. [7] ☐ Contrôle visuel ☐ Contrôle des connexions électriques [8]	Tous les six mois, lors de la remise en service	Tous les six mois, lors de la remise en service
Contrôle du volume selon ISO 8655 ☐ Effectuer un nettoyage à fond ☐ Contrôle selon ISO 8655 Partie 6 ou Partie 7 [9]	Tous les six mois	Tous les six mois

Attention : Tous ces contrôles et travaux de maintenance peuvent également être définis de manière différente en fonction des applications. Les divers intervalles peuvent être allongés si le matériel ne donne pas lieu à critique. Ils peuvent également être raccourcis dès que le matériel donne lieu à une

critique. Le contrôle de fiabilité en matière de technique de mesure, travaux de maintenance compris, est proposé par la société SI Analytics GmbH comme prestation de service (sur commande avec certificat de contrôle du fabricant). A cet effet, l'appareil de titrage doit être envoyé à la société SI Analytics GmbH.

Description détaillée des travaux de contrôle et d'entretien :

[1] Essuyer avec un chiffon doux (et si besoin avec un peu d'eau et de nettoyant ménager ordinaire).

[2] Les fuites se reconnaissent à l'humidité ou aux cristaux au niveau des vissages des tuyaux, des lèvres d'étanchéité du piston dans le cylindre de dosage ou de la vanne.

[3] En cas d'observation de liquide au-dessous de la première lèvre d'étanchéité, contrôler à intervalles plus courts si du liquide s'accumule également sous la deuxième lèvre d'étanchéité. Dans ce cas, remplacer immédiatement le piston et le cylindre en verre. Il est fort possible que des gouttelettes s'accumulent pendant l'utilisation au-dessous de la première lèvre d'étanchéité et qu'elles puissent toutefois disparaître. Il n'y a pas là motif à remplacement.

[4] Pour le contrôle, retirer la vanne de la fixation, les tuyaux restant reliés à la vanne. Contrôler s'il se trouve de l'humidité au-dessous de la vanne. Lors de la remise en place, veiller à ce que le petit nez se trouvant sur l'axe de rotation retrouve sa place dans la rainure correspondante.

[5] Au niveau de la pointe de titrage, il ne doit se trouver ni précipitations ni cristaux susceptibles de faire obstacle au dosage ou de fausser le résultat.

[6] Dépose du cylindre : retirer la vanne de son logement, dévisser les tuyaux et rincer toutes les pièces avec soin à l'eau distillée. Pour le démontage du cylindre, des tuyaux et des autres pièces de l'unité interchangeable, voir mode d'emploi.

[7] Dosage d'un volume de burette et remplissage à nouveau. Des bulles d'air s'accumulent à la pointe du cylindre et dans le tuyau de titrage et y sont facilement reconnaissables. En cas d'observation de bulles d'air, resserrer tous les assemblages à la main et répéter le processus de dosage. En cas de formation d'autres bulles d'air dans le système, contrôler la vanne [6] et remplacer les raccords de tuyaux. Les bulles d'air peuvent également se former à la liaison entre la lèvre d'étanchéité située entre le piston et le cylindre. Si la réduction de la vitesse de remplissage ne suffit pas, remplacer l'unité de dosage.

[8] Contrôle des contacts électriques pour vérifier l'absence de corrosion et de dommages mécaniques. Réparer les pièces défectueuses ou les remplacer par des pièces neuves.

[9] Voir application contrôle de la burette selon ISO 8655 Partie 6.

9 Stockage et transport

En cas de stockage provisoire ou de transport de la burette à piston TITRONIC® 500, l'utilisation de l'emballage original offre les meilleures conditions de protection de l'appareil. Dans de nombreux cas, cet emballage n'étant plus disponible, il s'avère nécessaire de le remplacer par un emballage improvisé équivalent. Le scellement de l'appareil dans une feuille plastique présent alors des avantages.

Comme lieu de stockage, choisir un local où les températures se situent entre + 10 et + 40 °C et l'humidité de l'air ne dépasse pas 70 % (rel.).

En cas de stockage provisoire et de transport de modules de dosage, éliminer les liquides contenus dans le système, les solutions agressives en particulier, voir également chapitre 8 « Maintenance et entretien de la burette ».

10 Recyclage et élimination

Cette burette à piston et son emballage ont été pour l'essentiel fabriqués dans des matériaux pouvant être éliminés dans le respect de l'environnement et amenés à un recyclage approprié.

Attention : Sur la carte principale de circuit imprimé se trouve une pile au lithium. Ne pas éliminer les piles avec les ordures ménagères. Elles sont reprises gratuitement par le fabricant et amenées à une valorisation et élimination appropriées.
Si vous avez des questions concernant l'élimination, veuillez contacter la société SI Analytics.

11 Index

SI Analytics

EG - KONFORMITÄTSERKLÄRUNG
EC - DECLARATION OF CONFORMITY
CE - DÉCLARATION DE CONFORMITÉ
CEE - DECLARATIÓN DE CONFORMIDAD

Wir erklären in alleiniger Verantwortung, dass das folgende Produkt	We declare under our sole responsibility that the following product	Nous déclarons sous notre seule responsabilité que les produit ci-dessous	Declaramos bajo nuestra única responsabilidad, que los produit listados a continuación
Titrator	**Titration unit**	**Titrateur**	**Titulador**
TitroLine® 6000			
auf das sich diese Erklärung bezieht, übereinstimmt mit den folgenden EG Richtlinien.	to which this declaration relates are in conformity with the following EC directives.	auquel se réfère cette déclaration est conforme directives CE soul vantes.	todo lo relative a esta declaración está en conformidad con las directivas CEE siguientes
EMV EG-Richtlinie 2004/108/EG Sicherheit EG Richtlinie 2006/ 95	EMC EC-Directrive 2004/108/EG Safety EC-Directrive 2006/ 95	CEM CE-Directive 2004/108/EG Sécurité CE-Directive 2006/ 95	CEM CEE siguientes 2004/108/EG Seguridad CEE siguientes 2006/ 95
Angewandte harmonisierte Normen oder normative Dokumente	Applied harmonized standards or normative documents	Normes harmonisées ou documents normative appliquées	Estándares armonizados aplicados o documentos normativos
EMV EN 61326-1:2006 Sicherheit EN 61010-1 :2001	EMC EN 61326-1:2006 Safety EN 61010-1 :2001	CEM EN 61326-1:2006 Sécurité EN 61010-1 :2001	CEM EN 61326-1:2006 Seguridad EN 61010-1 :2001

Mainz den 01.10.2011

Dr. Robert Reining
Geschäftsführer, Managing Director

Konf. No.:Titrat 013

SI Analytics GmbH
Hattenbergstraße 10
55122 Mainz
Deutschland, Germany, Allemagne

Typ / type / type / tipo **TitroLine® 6000/7000**

Bescheinigung des Herstellers

Wir bestätigen, dass das oben genannte Gerät gemäß DIN EN ISO 9001, Absatz 8.2.4 „Überwachung und Messung des Produkts“ geprüft wurde und dass die festgelegten Qualitätsanforderungen an das Produkt erfüllt werden.

Supplier’s Certificate

We certify that the above equipment has been tested in accordance with DIN EN ISO 9001, Part 8.2.4”Monitoring and measurement of product” and that the specified quality requirements for the product have been met.

Certificat du fournisseur

Nous certifions que le produit a été vérifié selon DIN EN ISO 9001, partie 8.2.4 ”Surveillance et mesure du produit” et que les exigences spécifiées pour le produit sont respectées.

Certificado del fabricante

Certificamos que el aparato arriba mencionado ha sido controlado de acuerdo con la norma DIN EN ISO 9001, sección 8.2.4 „Seguimiento y medición del producto“ y que cumple con los requisitos de calidad fijados para el mismo.



a xylem brand

SI Analytics GmbH

Hattenbergstr. 10
Tel. +49.(0)6131.66.5111
Fax. +49.(0)6131.66.5001
55122 Mainz
Deutschland, Germany, Allemagne, Alemania
E-Mail: si-analytics@xyleminc.com
www.si-analytics.com